

# I N Ż Y N I E R I A BIOMATERIAŁÓW

ENGINEERING OF BIOMATERIALS  
CZASOPISMO POLSKIEGO STOWARZYSZENIA BIOMATERIAŁÓW

Numer 9  
Rok III  
ISSN 1429-7248

**MARZEC 2000**

**WYDAWCA:**

Polskie  
Stowarzyszenie  
Biomateriałów  
w Krakowie

**KOMITET  
REDAKCYJNY:**

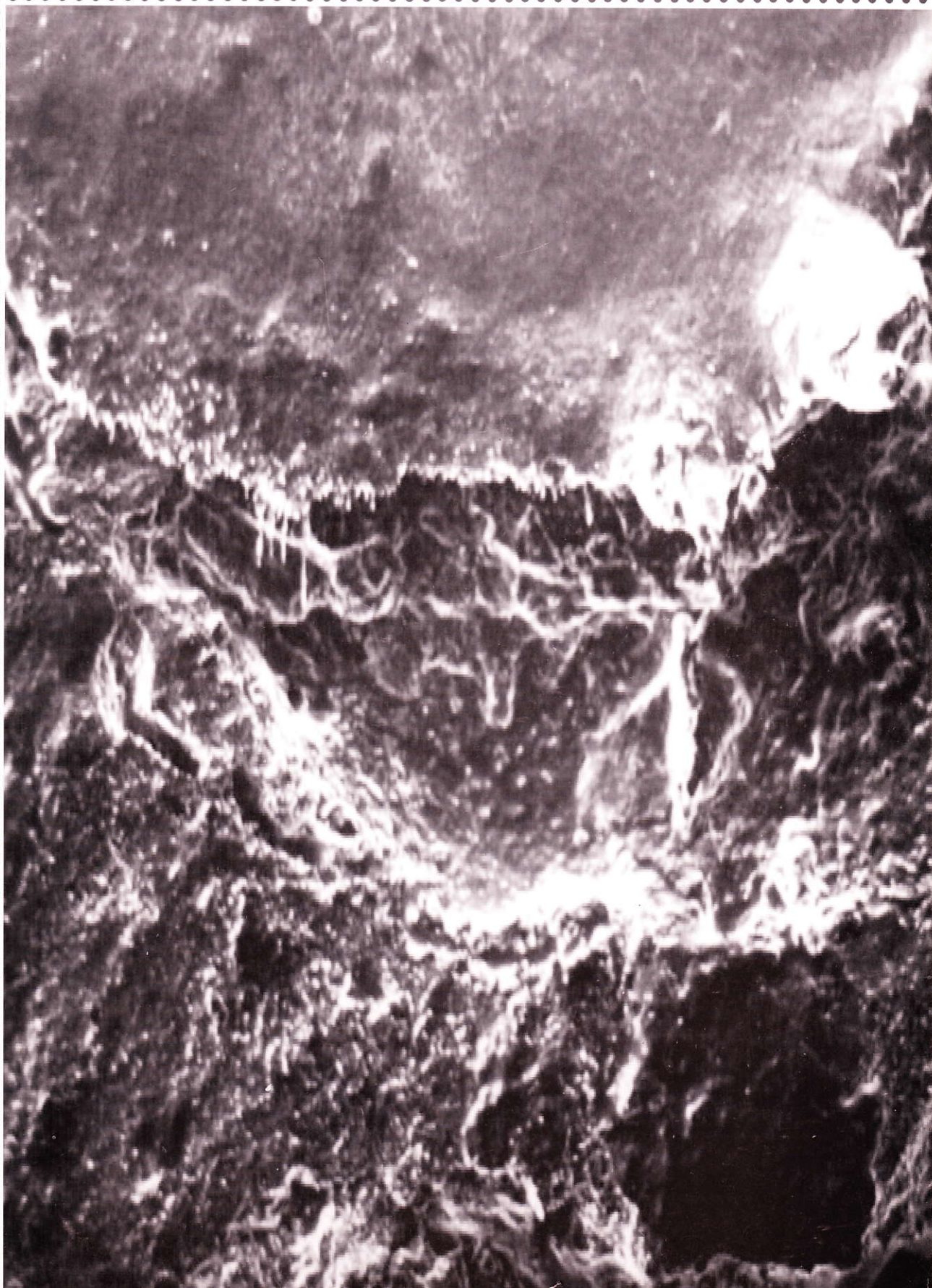
Redaktor naczelny  
**Stanisław Błażewicz**  
Sekretarz redakcji,  
Skład komputerowy  
**Augustyn Powroźnik**  
Redaktorzy  
**Elżbieta Godlewska**  
**Cezary Wajler**

**RADA  
NAUKOWA:**

**Jan Ryszard  
Dąbrowski**  
Politechnika Białostocka  
**Monika  
Gierzyńska-Dolna**  
Politechnika  
Częstochowska  
**Andrzej Górecki**  
Akademia Medyczna  
Warszawa  
**Wojciech Maria Kuś**  
Akademia Medyczna  
Warszawa  
**Jan Marciniak**  
Politechnika Śląska  
**Stanisław  
Mazurkiewicz**  
Politechnika Krakowska  
**Roman Pampuch**  
Akademia  
Górnictwo-Hutnicza  
**Bogna Pogorzelska-  
Stronczak**  
Śląska Akademia  
Medyczna

**ADRES REDAKCJI:**

Akademia  
Górnictwo-Hutnicza  
al. Mickiewicza 30/A-3  
30-059 Kraków





## SPIS TREŚCI

**MATERIAŁY I PROCESY INSPIROWANE PRZEZ  
SYSTEMY ORGANICZNE I EKOLOGIĘ 3**

ROMAN PAMPUCH

**PRÓBA SKONSTRUOWANIA HYDROŻELOWYCH  
IMPLANTÓW DYSKÓW MIĘDZYKRĘGOWYCH-  
BADANIA EKSPERYMENTALNE  
I NUMERYCZNE 9**PRZEMYSŁAW STASICA, MICHAŁ CIACH, MACIEJ RADEK,  
JANUSZ M. ROSIAK**ANALIZA PRZYCZYN PRZEDWCZESNEGO ZUŻYCIA  
POLIETYLENOWYCH PANEWK ENDOPROTEZ  
STAWU BIODROWEGO 14**WOJCIECH BALCEROWIAK, JANUSZ OTFINOWSKI,  
ANDRZEJ PAWELEC**NIEPOWODZENIA W ALLOPLASTYCE STAWU  
BIODROWEGO ZWIĄZANE Z POLIETYLENEM 18**JANUSZ OTFINOWSKI, ZBIGNIEW RUDZKI,  
ANDRZEJ PAWELEC, BOGUSŁAW FRĄCZUK**PRZYDATNOŚĆ KOMPOZYTU WĘGIEL-  
ŻYWICA EPOKSYDOWA JAKO MATERIAŁU  
DO ZESPOLEŃ KOŚCI -  
PRACA DOŚWIADCZALNA 22**

GRZEGORZ BAJOR, ZBIGNIEW PASZENDA

**POŁĄCZENIE DWÓCH METOD TESTOWANIA  
BIOMATERIAŁÓW IN VITRO 26**D. KUDELSKA-MAZUR, M. LEWANDOWSKA-SZUMIEL,  
J. KOMENDER, G. BENKE

## CONTENTS

**MATERIALS AND PROCESSING INSPIRED BY  
ORGANIC SYSTEMS AND ECOLOGY 3**

ROMAN PAMPUCH

**APPROACH TO CONSTRUCT HYDROGEL  
INTERVERTEBRAL DISC IMPLANTS -  
EXPERIMENTAL AND NUMERICAL  
INVESTIGATIONS 9**PRZEMYSŁAW STASICA, MICHAŁ CIACH, MACIEJ RADEK,  
JANUSZ M. ROSIAK**INQUIRY INTO THE REASONS FOR  
PREMATURE WEAR OF POLYETHYLENE  
CUPS IN HIP PROSTHESES 14**WOJCIECH BALCEROWIAK, JANUSZ OTFINOWSKI,  
ANDRZEJ PAWELEC**FAILURES IN TOTAL HIP ARTHROPLASTY  
CONNECTED WITH POLYETHYLENE 18**JANUSZ OTFINOWSKI, ZBIGNIEW RUDZKI,  
ANDRZEJ PAWELEC, BOGUSŁAW FRĄCZUK**APPLICABILITY OF A CARBON-EPOXY RESIN  
COMPOSITE AS A MATERIAL FOR  
OSTEOSYNTHESIS - EXPERIMENTAL  
APPROACH 22**

GRZEGORZ BAJOR, ZBIGNIEW PASZENDA

**COMBINATION OF TWO METHODS FOR  
BIOMATERIAL TESTING IN VITRO 26**D. KUDELSKA-MAZUR, M. LEWANDOWSKA-SZUMIEL,  
J. KOMENDER, G. BENKE



# MATERIAŁY I PROCESY INSPIROWANE PRZEZ SYSTEMY ORGANICZNE I EKOLOGIĘ

ROMAN PAMPUCH

KATEDRA CERAMIKI SPECJALNEJ  
AKADEMII GÓRNICZO-HUTNICZEJ W KRAKOWIE

## Streszczenie

*Artykuł oparty jest na treści wykładu wygłoszonego z okazji przyznania autorowi tytułu doktora honoris causa AGH. Przypomniano w nim kierunki i wyniki niektórych badań autora i jego współpracowników nad materiałami o budowie zainspirowanej przez systemy organiczne oraz nad procesami stymulowanymi przez zagrożenia takie jak wyczerpywanie się nieodnawialnych źródeł energii i surowców.*

## Wstęp

Być badaczem to nieustannie starać się aby być lepszym. Sposobem na to jest stałe zdawanie egzaminu czy to przed przyrodą czy przed kolegami. Takim egzaminem stało się również sprawozdanie z niektórych moich badań w dziedzinie nauki o materiałach i inżynierii materiałowej przedstawione z okazji przyznania mi przez moją Uczelnię wysokiego wyróżnienia. Podobnie jak cała nauka również i ta jej dyscyplina oznacza „czasem specjalną metodę odkrywania rzeczy, czasami całą wiedzę, która wynika z tego co odkryto, czasem nowe rzeczy, które można robić dzięki odkryciu czegoś i wreszcie czasem sam proces robienia nowych rzeczy” [1]. Po burzliwym rozwoju w latach siedemdziesiątych i początku osiemdziesiątych naszego wieku i tutaj nastąpił moment, w którym przy dużej ogólnej liczbie badań dominuje udział wnoszących tylko niewiele. Dla ponownego wzrostu istotności badań trzeba więc nowego impulsu. Impulsu, który rodzi się np. z nowego spojrzenia na stary problem, z nacisku ze strony gospodarki, z przypadkowego odkrycia i wielu innych jeszcze przyczyn. Inicjując badania - prowadzone najczęściej ze współpracownikami - takiego impulsu szukałem nawiązując z jednej strony do budowy żywych organizmów celem wytwarzania doskonalszych materiałów oraz, z drugiej, do działań, stymulowanych przez zagrożenia takie jak wyczerpywanie się nieodnawialnych źródeł energii i surowców.

## Materiały o budowie zainspirowanej przez systemy organiczne

Wiadomo, że przyroda wykształciła budowę systemów organicznych tak, aby mogły one spełniać swe funkcje w sposób optymalny. W przypadku spełniania funkcji mechanicznych chodzi o unikalną kombinację: niskiego ciężaru, odporności na ścieranie, wytrzymałości połączonej z giętkością i odpornością na kruche pękanie. Zapewnia to budowa w postaci:

# MATERIALS AND PROCESSING INSPIRED BY ORGANIC SYSTEMS AND ECOLOGY

...<sup>3</sup>...

ROMAN PAMPUCH

DEPARTMENT OF ADVANCED CERAMICS  
UNIVERSITY OF MINING AND METALLURGY, CRACOW

## Introduction

To be a research worker means to endeavour to become better. One of the ways to do it is to submit constantly one's work to the judgement of Nature and of colleagues. The conferring on me of the highest honorary degree of my Alma Mater gives me another opportunity to submit to your judgement some results of my research work into materials science and engineering.

Like all branches of science materials science and engineering means 'sometimes a method of discovering things, sometimes all the knowledge which results from that what has been discovered, sometimes new things which can be made thanks to the discoveries, and sometimes the process of making new things' [1]. I have worked in all these fields.

It is well to note that after a rapid development in the sixties and seventies the moment has been attained, also in materials science and engineering, that the numerical growth of research is no more accompanied by an increase of the quality of research and new impulses are needed to increase it. An impulse such as an accidental discovery, a new optics of seeing things, an economic pressure and many others. In the research made by me and my collaborators I have looked for such an impulse by developing materials mimicking the constitution of organic systems and by working into processing stimulated by the requirements of a sustainable development.

## Materials inspired by the constitution of organic systems

Organic systems created by Nature are characterised by a constitution which permits them to perform their functions in an optimum way. As far as the mechanical functions are concerned the combination of a low weight, high wear resistance, strength, flexibility, and fracture toughness is ensured by constitution in form of:

- laminates of hard and soft tissue;
- systems of interpenetrating fibres.

A utilisation of this knowledge should be especially advantageous with ceramic materials because they are characterised by a low fracture toughness,  $K_{IC}$ , and a low reliability as indicated by a low Weibull modulus,  $m$ . This is shown in FIG.1 against a background of properties of high-melting metals (grey field). I have here in mind both ceramic materials utilised in medicine and structural ceramic materials for general use where the number of those mimicking organic system is increasing (FIG.2).

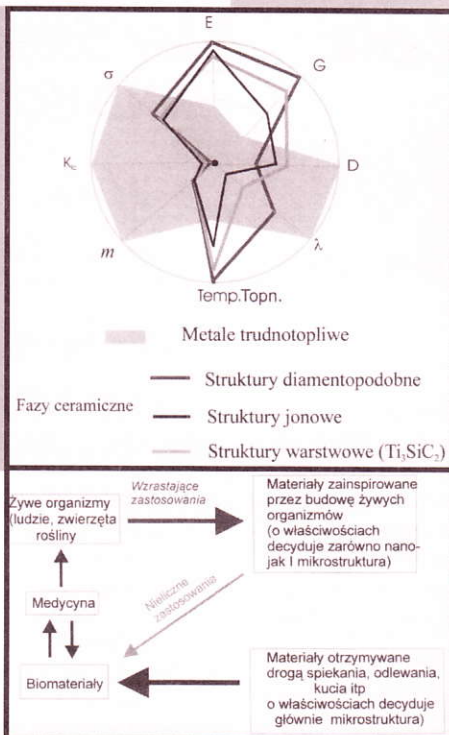
One part of our research into ceramic materials having improved properties has been made in the field of laminates. The research concentrated on a nanolaminate, namely  $Ti_3SiC_2$  [2,3,4]. It has a hexagonal structure in which stiff layers of Ti-C octahedra are separated by silicon layers



- laminatów złożonych na przemian z twardych i miękkich (organicznych) warstw oraz  
- sieci przenikających się wzajemnie włókien.

what facilitates shearing of the Ti-C layers past each other and enables a pseudo-plastic deformation of  $Ti_3SiC_2$  [5,6]. This research, backed by still other publications [7] has per-

**RYS.1. Porównanie średnich właściwości faz ceramicznych (o wiązaniach jonowych, kowalencyjnych oraz o strukturze warstwowych) i wysokotopliwych metali. Zewnętrzny perymetr wykresu kołowego odpowiada maksymalnym wartościom danej właściwości wśród wszystkich porównywanych faz; niższe wartości właściwości występujące w pozostałych fazach podane są w procentach tych wartości maksymalnych.**



**FIG.1. Comparison of average properties of ceramic phases (ionic, covalent, and laminar) with the ones of high-melting metals. The perimeter of the plot corresponds to the maximum value of a given property among the compared phases; the lower values of the given property found with other phases are given as percentage of the maximum value.**

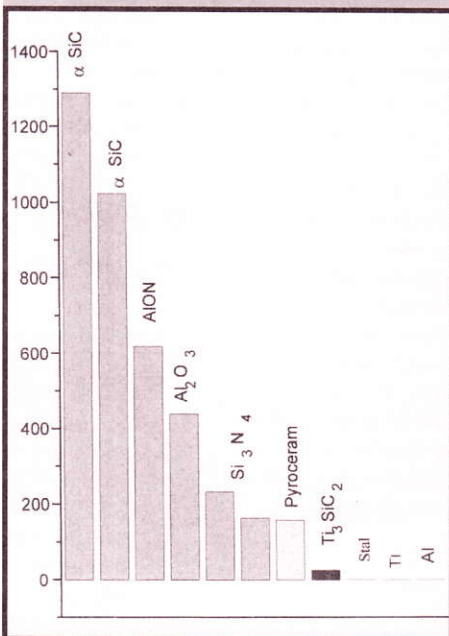
Wykorzystanie tej wiedzy może być szczególnie ważne w przypadku materiałów ceramicznych, które odznaczają się, np. w porównaniu z wysoko topliwymi metalami (szare pole na RYS.1) o wiele mniejszą odpornością na kruche pękanie  $K_{IC}$  i małą niezawodnością, którą symbolizuje niski moduł Weibulla,  $m$ . Dotyczy to zarówno materiałów ceramicznych stosowanych w medycynie jak i ceramicznych materiałów konstrukcyjnych o innych zastosowaniach. Liczba materiałów naśladujących budowę systemy organicznie rośnie (RYS.2).

Część naszych badań w kierunku polepszenia tych właściwości nawiązywała do budowy laminatów występujących w systemach organicznych. Prowadziliśmy mianowicie badania nad otrzymywaniem i własnościami laminatu w skali atomowej, węgla tytanowo krzemowego,  $Ti_3SiC_2$  [2,3,4]. Jego heksagonalna struktura złożona jest ze sztywnych warstw oktaedrow tytanowo-węglowych, rozdzielonych przez warstwy krzemu. Ułatwia to wzajemne przemieszczanie się sztywnych warstw i pozwala na pseudoplastyczne odkształcenie tego materiału [5,6]. Zarówno wspomniane wcześniej jak i inne prace [7] pozwoliły wykazać, że  $Ti_3SiC_2$  jest istotnie mniej kruchy niż typowe zaawansowane wysokotemperaturowe materiały ceramiczne i zbliża się pod tym względem do właściwości metali konstrukcyjnych (RYS.3).

Innym przykładem nawiązania do budowy laminatów w systemach organicznych było opracowanie pancerzy ceramicznych dla ochrony obiektów przed pociskami [9]. Mianowicie, i tutaj najbardziej efektywne okazały się laminaty, złożone z naprzemian ułożonych warstw sztywnej i kruchej ceramiki, np. z tlenku glinu, oraz warstw łatwiej odkształcalnej ceramiki, np. z  $Ti_3SiC_2$  (RYS.4).

**RYS.2. Wzajemne oddziaływania między nauką o materiałach i medycyną.**

**FIG.2. The interaction of materials science and engineering and medicine.**



**RYS.3. Parametr kruchości, B, typowych ceramicznych materiałów konstrukcyjnych i metali oraz  $Ti_3SiC_2$ ; wg [8].**

**FIG.3. The brittleness parameter, B, for typical structural ceramic and metallic materials; according to [8].**

mitted to show that  $Ti_3SiC_2$  is, indeed, less brittle than other advanced structural ceramic materials and approaches from this viewpoint the properties of structural metals (FIG.3).

A second example has furnished ceramic armour where most effective have been found laminates which had been made of alternating layers of stiff ceramics, like  $Al_2O_3$ , and of soft ceramics, like  $Ti_3SiC_2$  (FIG.4).

Another direction of research was inspired by systems of interpenetrating fibres in organic systems [11,12,13]. When our research into carbon fibres and carbon fibres-reinforced composite started more than twenty years ago the numerous structures formed by carbon atoms, including the fullerenes, were not known yet. However, a use could be made of changes in the structure and form of graphite-based materials. On the one hand, production of such materials in form of fibres permitted to decrease the number of defects in comparison with bulk materials and, therefore, to increase the mechanical strength. On the other, mechanical properties could be modified by tailoring the nanostructure of the fibres.

The layers of carbon atoms which occur in the graphite structure are very stiff and strong due to the high strength of the carbon-carbon bonds. Therefore, if the layers of the packets are oriented approximately parallel to the fibre axis only low elastic strains are possible and high Young's moduli result (FIG.5). The elastic strain of the packets can, however, be high at an angle of 45-52 degrees to the plane of the layers because weak van der Waals forces between the layers enable an appreciable shearing of the layers past each other. Therefore, fibres produced in such a way that the planes of the C-layers in the packets are not oriented parallel to the fibre axis show a higher elastic strain and are less brittle than the former, better oriented type (FIG.6). The variations of

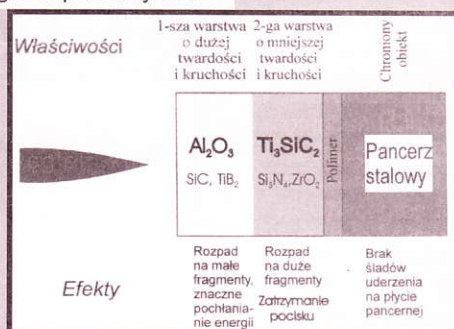


Z kolei, do doskonałych właściwości sieci wzajemnie przenikających się włókien w systemach organicznych nawiązywały nasze badania nad włóknami węglowymi i kompozytami zbrojonymi przez te włókna [11, 12, 13]. Kiedy rozpoczynaliśmy te badania przeszło dwadzieścia lat temu daleko było do wiedzy o niezwykle szerokiej gamie struktur, jakie tworzy pierwiastek węgiel, łącznie z fullerenami. Niemniej okazało się, że można zmieniać w szerokich granicach budowę i właściwości także materiałów węglowych, które wywodzą się z grafitu. Z jednej strony, przez ich makroskopowe ukształtowanie w postaci cienkich włókien. Pozwala to zmniejszyć prawdopodobieństwo występowania defektów a więc zwiększyć wytrzymałość mechaniczną w porównaniu z innymi postaciami materiałów węglowych. Z drugiej, uzyskać włókna o różnych właściwościach przez zmiany budowy włókien w skali atomowej.

Heksagonalne warstwy atomów węgla, które występują w graficie są bardzo sztywne i wytrzymałe dzięki wyjątkowo dużej sile wiązań węgiel-węgiel w płaszczyźnie

warstw. Jeśli pakiety tych warstw ułożone są w przybliżeniu równoległe do osi włókien to przy rozciąganiu notuje się i dużą sztywność i małe odkształcenie sprężyste

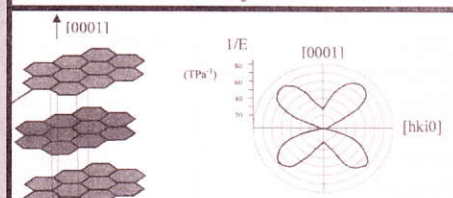
**RYS.4. Efektywne pancerze ceramiczne w postaci laminatów sztywnych i miękkich warstw; wg [10].**



**FIG.4. Effective armour made up of laminates of soft and stiff ceramic layers; according to [10].**

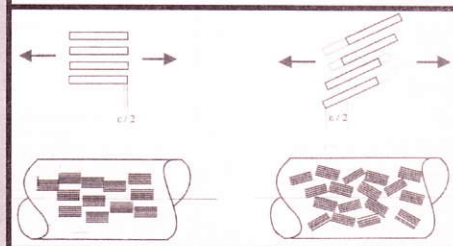
development is "a way to attain a better quality of life by all which does not endanger the quality of life of future generations" [15]. These goals can be reached in the materials-produc-

**RYS.5. Wykres kołowy odkształcalności pakietów warstw węglowych w strukturze grafitu w zależności od kierunku krystalograficznego; odkształcalność wyrażona jako odwrotność modułu Young'a, E; wg [14].**



**FIG.5. Deformability of the graphite structure in function of the crystallographic direction, expressed as the reciprocal value of Young's modulus; after [14].**

**RYS.6. Odkształcenie sprężyste przy rozciąganiu włókien węglowych w przypadku uporządkowanej (włókna węglowe wysokomodułowe) i nieuporządkowanej (włókna węglowe wysokowytrzymałe) orientacji pakietów warstw węglowych.**



**FIG.6. Elastic deformation in tension for carbon fibres having a better oriented (high modulus fibres) and a lesser oriented (high strength fibres) graphite structure.**

(RYS.5). Podatność na odkształcenie pakietów warstw węglowych jest natomiast bardzo duża pod kątem 45-52 stopni do płaszczyzny tych warstw a to dzięki znacznemu udziałowi odkształcenia wskutek ścinania. Jeśli więc włókna wytworzyć tak, aby pakiety warstw atomów węgla nie były zorientowane równoległe do osi włókien, to przy rozciąganiu włókien można osiągnąć większe odkształcenie sprężyste i wytrzymałość na rozciąganie oraz mniejszą kruchość (RYS.6).

Wszystkie te sposoby pozwoliły dostosować właściwości włókien węglowych do spełniania przez nie różnych funkcji, szczególnie w zastosowaniach w medycynie [13]. Jeszcze dalej idące dostosowanie można było uzyskać w przypadku kompozytów o osnowie węglowej wzmacnianych włóknami węglowymi. Przez ułożenie włókien, odpowiednio, w jednym (1D), w dwu (2D) i w trzech (3D) wzajemnie prostopadłych kierunkach można było otrzymać kompozyty węgiel-węgiel, których wytrzymałość mechaniczna i moduł Young'a różniły się o jeden rząd wielkości (RYS.7).

the structure of the fibres brought about by an adequate processing have permitted to tailor the properties of carbon fibres to given applications, especially to applications in medicine [13]. A still more important variation of the properties has been achieved in carbon-carbon composites. Namely, by using, respectively, a one-dimensional (1D), a two-dimensional (2D) and a three-dimensional arrangement of the fibres in the carbon matrix C-C composites could be produced in which the strength and Young's modulus differed by one order of magnitude from each other (FIG.7).

## Time- and energy-saving processing

Our research into time and energy-saving processing of ceramic has been prompted by economy and ecology. Namely, by trends in research the goal of which is an attainment of sustainable development. The sustainable development is "a

way to attain a better quality of life by all which does not endanger the quality of life of future generations" [15]. These goals can be reached in the materials-produc-

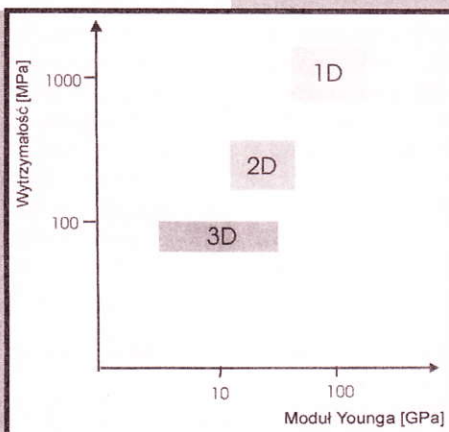
ing economy by reduction of consumption of not renewable energy sources and other raw materials. Some of the ways to reach these goals are: a development of energy and time-saving technologies, a tailoring of material properties to functions, a high reliability of materials, and a recycling of waste materials (FIG.8). Steps in the same direction are made by the service economy. The role of the latter constantly increases and manifests itself by shorter and more elastic processing in order to produce goods 'just in time'.

The majority of traditional and many of more modern processing routes for ceramic materials is characterised by a high energy consumption and low time efficiency. One of the methods which permits overcome this handicap by being not only energy- and time saving but also very flexible is solid combustion [16, 17].

In order to realise a thermally activated synthesis of compounds in solid combustion internal energy sources, i.e. heat of exothermic reactions between the synthesis reactants, are utilised for producing high temperatures. This becomes feasible when the heat remaining in the system is higher than the heat losses to the environment and cooler parts of the system (FIG.9). Because the reaction rates increase exponentially with temperature, the rise of tem-



**RYS.7. Wytrzymałość na rozciąganie i moduł Younga kompozytów o osnowie węglowej zbrojonych włóknami węglowymi w zależności od ułożenia włókien w jednym (1D), w dwu (2D) oraz w trzech wzajemnie prostopadłych kierunkach (3D); wg [15].**



**FIG.7. Tensile strength and Young's modulus of carbon-carbon composites vs. the carbon fiber orientation in the carbon matrix: 1D- one-dimensional; 2D- two-dimensional, 3D- three-dimensional; according to [15].**

## Energo- i czasooszczędne procesy otrzymywania materiałów

Badania nad tymi procesami mieściły się w nurcie zainspirowanym przez gospodarkę, ekonomię oraz ekologię. Mianowicie, w strumieniu badań, które wiążą się z przeciwdziałaniem zagrożeniom bytu społeczeństw i służą osiągnięciu podtrzymującego się rozwoju. Podtrzymujący się rozwój to - jak wiadomo - "sposób trwałego osiągnięcia lepszej jakości życia przez wszystkich, który nie zagraża osiąganiu tego celu przez przyszłe pokolenia i szanuje środowisko"[15]. W gospodarce wytwarzania materiałów cel ten można osiągnąć przez zmniejszenie konsumpcji nieodnawialnych źródeł energii i innych nieodnawialnych surowców. Jak ilustruje to RYS.8, służą temu m.in. energo- i czasooszczędne technologie, dostosowanie właściwości materiałów do spełnianych funkcji i szereg innych działań. Cel ten można także osiągnąć przez dostosowanie kierunków badań do wymogów gospodarki usług. Jej rola stale wzrasta i przejawia się m.in. naciskiem na skrócenie czasu i uproszczenie procesów wytwarzania materiałów, tak aby zapewnić ich produkcję na czas.

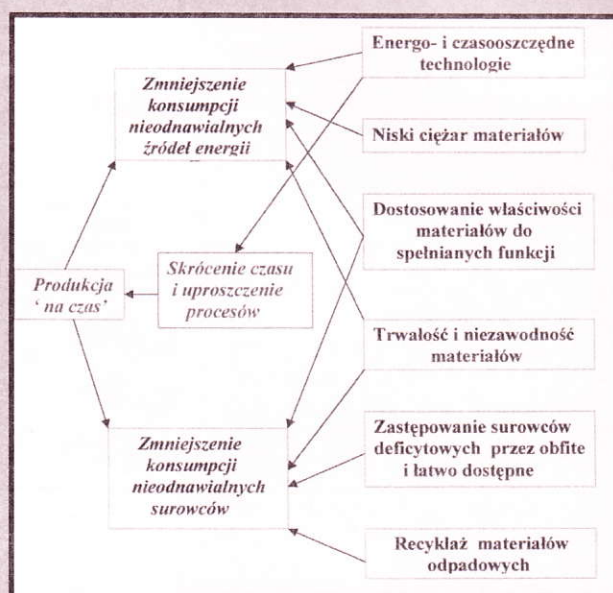
Większość tradycyjnych a i wiele nowych procesów wytwarzania materiałów ceramicznych odznacza się albo dużym zużyciem zewnętrznych źródeł energii albo długim czasem operacji, albo też jednym i drugim. Natomiast jedną z nowszych metod, która spełnia nie tylko wymóg oszczędności energii ale i pozwala uprościć procesy i skrócić czas operacji jest spalanie w fazie stałej [17,18].

W metodzie tej dla przeprowadzenia aktywowanej termicznie syntezy związków wykorzystuje się ciepło egzotermicznych reakcji chemicznych tak, aby wytwarzały wysokie temperatury w układzie. Jest to możliwe, gdy ciepło które pozostaje w układzie przewyższa straty ciepła do otoczenia.(RYS.9.). Ponieważ szybkość reakcji wzrasta wykładniczo z temperaturą powoduje to przyspieszenie zapoczątkowanych reakcji zwiększenie intensywności wydzielania ciepła. Powstaje w ten sposób dodatnie sprzężenie zwrotne, w którym wspomniany cykl powtarza się. Dzięki temu może nastąpić lawinowy wzrost temperatury układu i szybkości reakcji.

Jeśli reagenty i produkt reakcji są stałe to zrealizowanie tego stanu możliwe jest tylko przy intensywnym przenoszeniu atomów reagentów do granic rozdziálu, na których mogą za sobą reagować. W przypadku badanej przez nas syntezy węglików z pierwiastków warunek ten nie jest możliwy do spełnienia w klasycznych warunkach syntezy, gdzie węglikowa

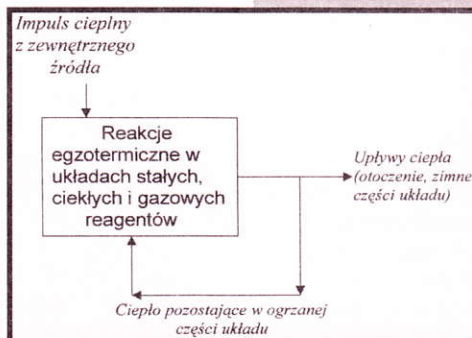
perature brings about an increase of the reaction rate and of heat evolution. In this way a positive feedback is established and an avalanche-like increase of temperature and reaction rate can be observed.

When both the reagents and the product are solid the positive feedback is realizable only when there is an intensive



**RYS.8. Sposoby, które pozwalają w gospodarce wytwarzania materiałów i w gospodarce usług osiągnąć podtrzymujący się rozwój.**

**FIG.8. Ways in materials and service economy which permit to establish a sustainable development.**



**RYS.9. Schemat logiczny spalania w fazie stałej.**

**FIG.9. The logical scheme of solid combustion.**

diffusion of atoms to the respective interfaces. In the synthesis of carbides which has been of interest to us the solid products of the reactions are characterised by a low diffusibility. Therefore, the reaction layer formed by the product constitutes a diffusional barrier. However, in case of solid combustion in the Si - C system (and also in other ones) a specific mechanism occurs, which permits to rationalise the very high reaction rates and the conversion to product(s) in a few minutes' time [18,19,20,21]. Namely, solid combustion in this system takes place at a temperature of 1950-2150°C. At this temperature growth of the SiC-reaction layer at the carbon substrate / reac-



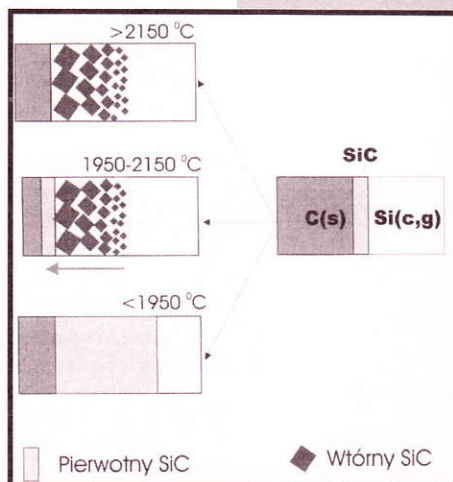
warstwa reakcyjna, rozdzielająca reagenty, jest barierą dyfuzyjną z uwagi na bardzo niskie współczynniki dyfuzji w węglkach.

W przypadku spalania w fazie stałej w układzie Si-C występuje jednak specyficzny mechanizm, który tłumaczy możliwość błyskawicznej syntezy SiC [19,20,21,22]. Mianowicie, spalanie w fazie stałej przebiega w tym układzie w temperaturze od 1950 do 2150°C. W temperaturach tych warstwa reakcyjna, która narasta po stronie granicy rozdziału: warstwa reakcyjna SiC - reagent węglowy, równocześnie rozpuszcza się z podobną szybkością po przeciwległej stronie w ciekłym krzemie (RYS.10). W ten sposób zachowuje ona cały czas niewielką grubość przesuwając się w głąb reagenta węglowego. Mała grubość wędrującej warstwy reakcyjnej pozwala więc na duże szybkości reakcji. Końcowy produkt - wtórny węgiel krzemu - tworzy się przez krystalizację z przesyconego roztworu ciekłego, który przesuwa się za ciekłą warstwą reakcyjną. To, z kolei, powoduje, że węgiel krzemu powstający w wyniku reakcji substratów węglowych z krzemem tworzy pseudomorfozy reagenta węglowego, tj. utwory, które zachowują jego pierwotną postać [23].

Mechanizm taki wykorzystano w niedawno opublikowanej przez innych autorów metodzie [24]. W metodzie tej przekształca się najpierw drewno, drogą pirolizy, w materiał węglowy. Następnie, przez reakcję krzemu z produktem pirolizy otrzymuje się węgiel krzemu w postaci pseudomorfoz wyjściowego drewna. Końcowym produktem jest więc odporny chemicznie, wysokotemperaturowy materiał, który jednak zachowuje w makro i mikroskali budowę drewna. Badania te zostały przywołane dla ilustracji splatania się badań nad mechanizmem spalania w fazie stałej z badaniami nad materiałami o budowie zainspirowanej przez systemy organiczne.

## Podsumowanie

Omówione w wykładzie kierunki badań ilustrują szerszą tendencję w naukach doświadczalnych. Mianowicie, po intelektualnym zróżnicowaniu nauk doświadczalnych w toku ich rozwoju (RYS.11) obecnie, pod koniec XX wieku, obserwuje się tendencję do ich integracji lub wzajemnego przejmowania idei. Wynika to z aktualnego przekonania, że najważniejszą dźwignią rozwoju nauki jest jej transdyscyplinarność. Wystarczy przytoczyć dwa przykłady tej tendencji. Jednym jest integracja fizjologii, genetyki i biochemii jaka nastąpiła w ramach biologii molekularnej. Drugim - ukształtowanie się nauki o materiałach jako zintegrowanego wokół zagadnień materiałowych systemu poglądów, z których każdy z osobna wywodzi się z różnych dziedzin myśli i działalności. Ponieważ najważniejsze linie naszego myślenia mają swe prototypy greckie, wspomniane zmiany można też opisać słowami Empedoklesa z Akragas: "Czasem jedność rozwija się z wielu rzeczy a czasem całość dzieli się na wiele części. Takie zmiany zdarzają się w sposób ciągły". Jeśli dąży się obecnie do integracji to trzeba mieć także na uwadze dalszy ciąg myśli Empedoklesa, który brzmi że "miłość jest siłą, która łączy rzeczy razem. Konflikty - siłą, która je rozdziela".



**Rys.10 Mechanizm 'wędrującej cienkiej warstwy reakcyjnej', który występuje podczas spalania w fazie stałej w układzie Si-C; wg [19].**

**Fig.10 Mechanism of the 'migrating thin reaction layer' during solid combustion which occurs in the Si-C system); according to [19].**

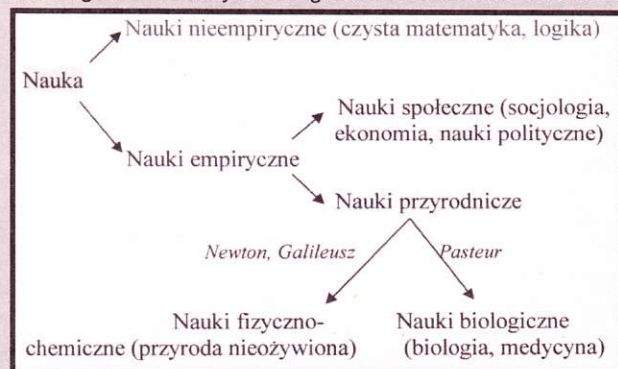
tion layer interface and dissolution of the reaction layer in liquid silicon at the opposite side of the layer have an approximately identical rate. Therefore, the reaction layer, moving into the carbon reactant retains all the time its small thickness (FIG.10.) what ensures a high conversion rate of the reactants. The final product, secondary SiC, is formed by precipitation from the supersaturated C solution in liquid Si which moves in the wake of the thin reaction layer. This brings about a formation by silicon carbide of pseudomorphoses of the carbon reactant [22]. The latter mechanism has been recently utilised to produce silicon carbide products which have the constitution of wood [23]. In this method wood is first transformed, by pyrolysis, to a carbonaceous residue which retains the original constitution of wood. By reacting this residue with silicon a SiC material of the same constitution is formed. That is, a refractory material having the advantageous structure of wood is formed.

The above research has been recalled in order to illustrate ways of combining energy- and time-efficient method of solid combustion with production of materials mimicking organic systems.

## Summary

The directions of research mentioned in the lecture illustrate more general trends in experimental science which can be observed at the present time. Namely, after an intellectual diversification of branches of experimental science in the XVIII-XIX centuries a tendency to their integration occurs at present. At the origin of this tendency lies the recognition that the main impulse for development of science is a transdisciplinary approach. Two examples may be given. One is the integration of physiology, genetics and biochemistry in the frame of molecular biology. Another is the establishment of materials science and engineering. This system of opinions integrates elements from various sources around material problems.

Our main lines of thought have their Greek prototypes. Therefore, in connection with the above mentioned changes let me quote Empedokles from Akragas: "Sometimes a unity develops of many things, and sometimes a whole separates into many parts. Such change goes on continuously". Considering the tendency for integration as desirable we should



**RYS.11. Intelektualne różnicowanie się nauk doświadczalnych w XVIII-XX w.**

**FIG.11. The intellectual diversification of experimental sciences in the XVIII-XX centuries.**



## Piśmiennictwo

- [1] Feynman R.: Sens tego wszystkiego, Prószyński i Ska., Warszawa, 1999 (tłum. z ang.).
- [2] Pampuch R., Lis J., Stobierski L., Tymkiewicz M.: Solid Combustion Synthesis of  $Ti_3SiC_2$ , J.European Ceram. Soc., 5, (1989), 283-287.
- [3] Pampuch R., Lis J., Piekarczyk J., Stobierski L.:  $Ti_3SiC_2$ -based materials produced by SHS and ceramic processing, J.Mater. Synthesis and Processing, 1, (1993), 93-99.
- [4] Morgiel J., Lis J., Pampuch R.: Microstructure of  $Ti_3SiC_2$ -based ceramic materials, Mater.Lett. 27, (1996), 85-89.
- [5] Pampuch R., Lis J.: " $Ti_3SiC_2$  a pseudoplastic ceramic material" w CERAMICS:CHARTING THE FUTURE, P.Vincenzini ed., Techna, Faenza, 1995.
- [6] Barsoum M.W., El-Raghy T.: Synthesis and characterization of a remarkable ceramic:  $Ti_3SiC_2$ , J.Am.Ceram.Soc. 79, (1996), 1953-1956.
- [7] Okano T., Tano T., Iseki T.: Synthesis and mechanical properties of  $Ti_3SiC_2$  ceramics, Trans. Met. Soc. Jpn., 14A, (1993), 597-599.
- [8] Pampuch R.: Stuijts Memorial Lecture 1997: Ceramic Science and Technology Facing Changing Paradigms, J.Europ. Ceram. Soc., 18, (1998), 993-1000.
- [9] Pampuch R., Lis J., Stobierski L.: Pękanie dynamiczne materiałów ceramicznych, Szkło i ceramika, 6, (1995), 1-4.
- [10] Lis J., Pampuch R., Stobierski L., Wiśniewski A., Kata D., Ceramic armour materials prepared by the self-propagating high-temperature synthesis, Proceed.Vth World Ceramic Congr. CIMTEC Florencia, 1998, Techna Faenza
- [11] Pampuch R., Błażewicz S., Chłopek J., Balcerzyk E., Tekhnologiya proizvodstva uglerodnykh volokon, Obzor Pol'skoy Tekhniki, 4, (1988), 9-10.
- [12] Pampuch R., Błażewicz S., Chłopek J.: Włókna węglowe. Przegląd aktualnego stanu badań, Acta Ceramica (Szkło i Ceramika), 7, (1981), 111-117.
- [13] Pampuch R., Błażewicz S., Chłopek J., Górecki A., Kuś W.M.: Nowe materiały węglowe w technice i medycynie, PWN, Warszawa, 1988.

have in mind the continuation of these thoughts of Empedocles. Namely, that "love is the force that brings things together. Strife the force that separates them".

## References

- [14] Chłopek J.: Kompozyty węgiel-węgiel. Otrzymywanie i zastosowanie w medycynie. Prace Kom. Nauk Ceram. O/PAN w Krakowie, Ceramika, 52, (1997), 5-146.
- [15] Anon: Indicators of sustainable development, Office for official Publications of the European Communities Luxembourg, 1997, 19.
- [16] Merzhanov A.G.: Self-propagating high-temperature synthesis and powder metallurgy, Adv. Powder Metall. and Particulate Mater. 9, (1992), 341-366.
- [17] Lis J., Pampuch R., Stobierski L.: Simplifying processing to sinterable Powders by using solid combustion, Ann.de Chimie Fr., 20, (1995), 151-156.
- [18] Pampuch R., Lis J., Stobierski L.: Mechanism of heterogeneous reactions in the Si-C system under conditions of self-propagating combustion, w: Combustion and plasma synthesis of high-temperature materials, Z.A.Munir, J.B. Holt Rds., VCh Weinheim, New York, 1990.
- [19] Pampuch R., Lis J., Rudnik T.: Solid combustion synthesis w: Flash reaction processes, T.W.Davies ed. Kluwer Sci.Ed. New York, 1995, 64-75.
- [20] Rudnik T., Lis J., Pampuch R., Lihman J-M., Stobierski L.: Parameters of the bed of reactants and solid combustion in the Si-C system, Archivum Combustionis, 16, (1996), 3-12. 66.
- [21] Pampuch R.: Some fundamental versus practical aspects of self-propagating high-temperature synthesis, Solid State Ionics, 101-103, (1997), 899-907.
- [22] Pampuch R., Stobierski L., Lis J., Rączka M.: Solid combustion synthesis of SiC, Mater.Res.Bull., 22, (1987), 1225-1230.
- [23] Greil P., Kifka T., Kandl A.: Cellular silicon carbide ceramics from wood, J.Europ. Ceram. Soc., 18, (1998), 1960-1983.



# PRÓBA SKONSTRUOWANIA HYDROŻELOWYCH IMPLANTÓW DYSKÓW MIĘDZYKRĘGOWYCH- BADANIA EKSPERYMEN- TALNE I NUMERYCZNE

PRZEMYSŁAW STASICA\*, MICHAŁ CIACH\*\*, MACIEJ RADEK\*\*\*,  
JANUSZ M. ROSIAK\*

\*MIĘDZYRESORTOWY INSTYTUT TECHNIKI RADIACYJNEJ  
POLITECHNIKI ŁÓDZKIEJ W ŁÓDZI

\*\* ZAKŁAD AUTOMATYKI I BIOMAECHANIKI

POLITECHNIKI ŁÓDZKIEJ W ŁÓDZI

\*\*\* KLINIKA NEUROCHIRURGII

WOJSKOWEJ AKADEMII MEDYCZNEJ W ŁÓDZI

## Streszczenie:

Celem badań była próba opracowania implantu mogącego zastępować zdegenerowany dysk międzykręgowy w kręgosłupie człowieka. Do budowy implantu wykorzystano biogodne hydrożele otrzymane przy użyciu techniki radiacyjnej z następujących monomerów: VP (N-winylopirolidon), HEMA (metakrylan 2-hydroksyetylu), MMA (metakrylan metylu) i przepuszczalną dla wody tkaninę poliestrową. Przeprowadzono testy wytrzymałościowe próbek hydrożeli i prototypów implantów. Opracowano komputerowy model lędźwiowego odcinka kręgosłupa, L2 - L3 z kręgami separowanymi naturalnym dyskiem oraz z kręgami separowanymi parą implantów. Przeprowadzono szereg eksperymentów obliczeniowych, w których symulowano osiowe obciążanie badanego segmentu.

## Wprowadzenie

### Dyski międzykręgowe

Strukturę kręgosłupa tworzą 24 kręgi pooddzielane dyskami międzykręgowymi oraz liczne mięśnie i przyczepy zakotwiczone na ich powierzchni. Dyski międzykręgowe składają się na około jedną czwartą długości całego kręgosłupa i pełnią rolę swego rodzaju poduszek łagodzących nacisk na kręgi powstający w trakcie ruchu ciała. Absorbują one nacisk i naprężenia przenoszone przez kolumnę kręgosłupa.

W dysku można wydzielić trzy zasadnicze części: otoczkę włóknistą, jądro i płytki zewnętrzne [1, 2, 3, 4, 5]. Zbudowana z włókien kolagenowych otoczka włóknista (anulus fibrosus) zamykająca w sobie jądro, to struktura, której podstawowym zadaniem jest tłumienie naprężeń wywołanych obciążeniem, zginaniem lub skręcaniem kręgosłupa, czyli skutkami codziennej aktywności fizycznej człowieka. Otoczka jest połączona z płytkami zewnętrznymi za pomocą kolagenowych lameli lub odrębnych warstw włókien. Przesunięte nieco od środka dysku jądro (nucleus pulposus) jest żelowatą strukturą o wysokim stopniu zawartości wody. Połączenie żelowej natury jądra i usztyw-

# APPROACH TO CONSTRUCT HYDROGEL ...?.... INTERVERTEBRAL DISC IMPLANTS - EXPERIMENTAL AND NUMERICAL INVESTIGATIONS

PRZEMYSŁAW STASICA\*, MICHAŁ CIACH\*\*, MACIEJ RADEK\*\*\*,  
JANUSZ M. ROSIAK\*

\*INSTITUTE OF APPLIED RADIATION CHEMISTRY  
TECHNICAL UNIVERSITY OF ŁÓDŹ

\*\* DIVISION OF AUTOMATICS AND BIOMECHANICS

TECHNICAL UNIVERSITY OF ŁÓDŹ

\*\*\* NEUROSURGERY CLINICS

MILITARY MEDICAL UNIVERSITY

## Abstract:

The objective of this study was to design a spinal intervertebral disc implant that could substitute natural disc in a human vertebral column. Structure of the implant comprised biocompatible hydrogel core obtained by irradiation of the following monomers: VP (N-vinyl pyrrolidone), HEMA (2-hydroxyethyl methylacrylate), MMA (methyl methylacrylate) and water permeable polyester fabric. Axial compression tests of hydrogel samples and implant prototypes were performed. Advanced numerical model of L2-L3 spinal segment with vertebrae separated with a natural disc and a pair of implants has been elaborated. In the series of numerical experiments an axial load on the segment was simulated.

## Introduction

### Intervertebral disc

The spine is a non-homogeneous complex-shape construction of 24 vertebrae, separated by intervertebral discs with numerous muscles and ligaments attached to them. Intervertebral discs act as a sort of cushion to soften the impacts caused by body movement. The intervertebral discs make up about one fourth of the entire length of the vertebral column.

The discs absorb stresses and strains transmitted to the vertebral column. The intervertebral disc is a structure composed of the anulus fibrosus, the nucleus pulposus and the end plates [1,2,3,4,5]. The anulus fibrosus is a collagen-fibre composite structure that surrounds the nucleus pulposus. It resists hoop stresses due to compressive loads as well as bending and torsional stresses produced by everyday activities of bending and rotation. The fibres of the anulus form lamellae, or individual layers of parallel collagen fibres that attach to the superior and inferior end plates. Nucleus pulposus is the inner gel-like (proteoglycan-laden gel), highly hydrated core. The gel-like nature of the nucleus pulposus



niających właściwości otoczki pozwala spęcznionemu dyskiowi działać jak poduszka tłumiąca drgania. Płytki zewnętrzne wyścielające powierzchnie kręgu w sąsiedztwie jądra i połączone ściśle z otoczką włóknistą, zbudowane są głównie z kolagenu, proteoglicyny i wody.

W wyniku różnego rodzaju urazów lub procesów chorobowych dysk międzykręgowy może ulegać uszkodzeniu lub przemieszczeniu. W sytuacji gdy włókna otoczki są osłabione lub wręcz ich ciągłość jest przerwana, wewnętrzna tkanka jądra ulega trwałej deformacji, przemieszczeniu lub zostaje wyciśnięta poza jej naturalne otoczenie. Taki proces określa się popularnie jako wypadnięcie dysku (RYS.1). Konsekwencją jest zazwyczaj ucisk masy tkanki jądra na nerwy kręgowy, co w rezultacie wywoływać może silne bóle, jak również może prowadzić do utraty kontroli nad mięśniami lub nawet paraliżu. Innym typem zmian dyskowych jest sytuacja, kiedy jądro traci zdolność do chłonięcia wody i zapada się tak, jak dętka po wypuszczeniu powietrza. Zmniejszająca się wysokość jądra powoduje odkształcenia w strukturze otoczki włóknistej i separacje najluźniej połączonych warstw kolagenowych. W wyniku tego powstawać mogą obwodowe lub radialne przecieki, potencjalnie wywołujące długotrwały i paraliżujący ból.

Kiedy tkanka jądra ulega wypłynięciu lub jest usunięta operacyjnie, przestrzeń dyskowa znacznie maleje, a co za tym idzie cała konstrukcja kolumny kręgosłupa zasadniczo traci na stabilności. W wielu sytuacjach, aby złagodzić ból towarzyszący zdegenerowanemu lub "wypadniętemu" dyskiowi, usuwa się tkankę jądra bądź cały dysk i chirurgicznie łączy dwa sąsiadujące kręgi. Działanie takie łagodzi wprawdzie ból i przynosi ulgę pacjentowi, jednak zdolność do naturalnego, wzajemnego przemieszczania się połączonych ze sobą kręgów jest trwale utracona, a co za tym idzie, większe niż normalne obciążenie przenosi się na sąsiednie dyski prowadząc do ich przedwczesnego zużycia.

Bardziej pożądane wydaje się być zatem rozwiązanie polegające na zastąpieniu części lub całości zniszczonego dysku odpowiednią protezą przywracającą jego naturalną wysokość i zdolność ruchową. Istnieje zatem potrzeba skonstruowania łatwego do implantacji, sztucznego dysku międzykręgowego, o tak dobranych parametrach fizycznych, aby mógł symulować fizjologiczną pracę naturalnego dysku.

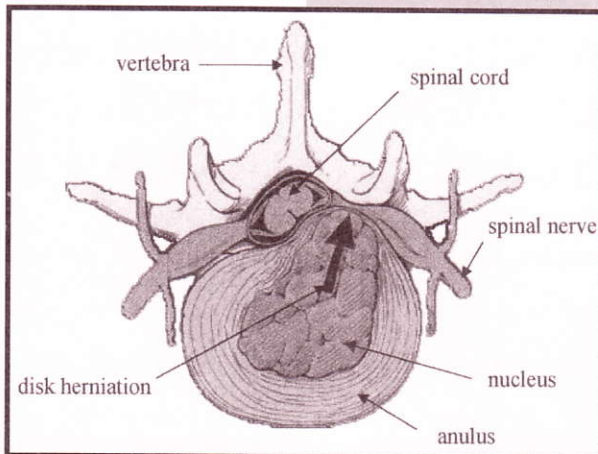
Materiałem, który wydaje się spełniać najważniejsze wymagania stawiane takiemu implantowi są hydrofilowe układy polimerowe, charakteryzujące się zdolnością do łatwego absorbowania dużych ilości wody, nazywane hydrożelami. Prace nad zastosowaniem hydrożeli do konstrukcji implantu dysku międzykręgowego trwają już jakiś czas [8], jednakże nie ma doniesień, jakoby któryś z pomysłów dowiódł swej funkcjonalności i stał się szeroko stosowanym, komercyjnie dostępnym produktem.

#### Hydrożele

Hydrożele, to usieciowane, trójwymiarowe struktury zdolne do absorbowania dużych ilości wody i pęcznienia do stanu równowagowego. Sieci hydrożeli składające się z hydrofilowych homopolimerów lub kopolimerów zach-

constrained by the anulus ensures its high water content and cushioning properties. The nucleus pulposus is slightly displaced from the centre of the intervertebral disc. The cartilaginous end plate of the spine is a thin layer of hyaline cartilage, which lines the interior, and superior surface of the vertebral body. It consists primarily of collagen, proteoglycan and water. The end plate is centrally situated in the vertebral body, adjacent to the nucleus pulposus, and it has intimate attachments to the anulus fibrosus.

The spinal disc may be displaced or damaged due to traumas or a diseases. Disc herniation occurs when anulus fibres are weakened or torn and the inner tissue of the nucleus becomes permanently bulged, distended or extruded out of its normal, internal anular confines (FIG.1). The mass of the herniated or "slipped" nucleus can compress a spinal nerve resulting in pain, loss of muscle control or even paralysis. Alternatively, with discal degeneration, the nucleus loses its water absorbing ability and collapses, as does a tire after deflation. The decreasing height of the nucleus causes



RYS.1. Wypadnięcie dysku międzykręgowego.

FIG. 1. Intervertebral disc herniation.

the anulus to buckle in areas where the laminated plies are loosely bonded. As these overlapping laminated plies of the anulus begin to buckle and separate, either circumferential or radial anular leaks may occur, potentially resulting in persistent and disabling back pain.

Whenever the nuclear tissue is herniated or removed by surgery, the disc space narrows and the entire vertebral column loses much of its normal stability. In many cases, to alleviate pain from degenerated or herniated discs, the nucleus or the disc as a whole is removed and the two adjacent vertebrae are surgically fused together. While this treatment alleviates the pain, all discal mobility is lost in the fused segment. Consequently, greater stresses are transferred on discs adjacent to the fused segment, leading to their premature degeneration.

A more desirable solution would involve partial or total replacement of the damaged disc with a suitable prosthesis. Therefore there is an urgent need to develop an easily implantable, artificial spinal disc with load-bearing ability and pumping action simulating the natural disc physiology.

Hydrophilic polymer systems with high ability to absorb water, called hydrogels, seem to satisfy the major demands concerning disc implant materials. Therefore the possibility of using hydrogels in the construction of spinal disc prostheses has been investigated for a couple of years [8]. However, so far none of the studied systems has been reported to exhibit sufficiently good functionality to be widely applied and commercialised.

#### Hydrogels

Hydrogels are polymeric 3D networks (cross-linked structures) able to absorb large amounts of water and to swell up to equilibrium. These networks composed of hydrophilic homopolymers or copolymers maintain their structural integrity and are rendered insoluble due to the presence of chemical (covalent bonds) or physical cross-links. The latter can be entanglements, crystallites or hydrogen bonded structures. The cross-links provide the network structure and physical integrity. Over the past 35 years, hydrogels have been extremely useful in biomedical



wują swoją ustaloną strukturę i pozostają nierozpuszczalne dzięki obecności chemicznych (wiązanie kowalencyjne) lub fizycznych połączeń międzycząsteczkowych. Wśród tych ostatnich wyróżnić można splećnia, krystality lub wiązania wodorowe. Na połączeniach międzycząsteczkowych stanowiących o fizycznej integralności układu opiera się cała budowa sieci hydrożelowej.

Ze względu na ich elastyczność, zdolność do wchłaniania wody i jednocześnie biogodność, hydrożele w ciągu ostatnich 35 lat okazały się niezwykle użyteczne do wielu zastosowań biomedycznych czy farmaceutycznych. Lata badań nad tymi materiałami zaowocowały powszechnym użyciem hydrożeli jako elastycznych soczewek kontaktowych, opatrunków na rany, systemów do regulowanego dozowania leków, superabsorbentów, itd. [9,10,11,12, 13]. Warto przy tym zwrócić uwagę na powszechną dostępność wielu z hydrożelowych produktów na rynku.

W zależności od ładunków grup funkcyjnych hydrożele mogą być sklasyfikowane jako neutralne lub jonowe. Mogą być ponadto amorficzne, semikrystaliczne, supermolekularne, oparte na wiązaniach wodorowych lub agregatach hydrokoloidalnych.

Hydrożele mogą być w prosty sposób otrzymywane przy użyciu technik radiacyjnych. Może to być np. napromienianie czystego polimeru czy monomeru (w postaci stałej lub w roztworze) lub napromienianie wodnego roztworu polimeru.

Powstawanie struktur hydrożelowych pod wpływem promieniowania może być w prosty sposób wytłumaczone jako rezultat wzajemnej rekombinacji rodników będących produktami oddziaływania promieniowania jonizującego z materia, co w efekcie prowadzi do polimerizacji monomerów i usieciowania powstającego polimeru [9,14]. Ogólny schemat radiacyjnego powstawania hydrożeli pokazany jest na RYS.2.

Rodniki, jako bardzo reaktywne produkty przejściowe powstające w wyniku oddziaływania promieniowania z materia, mogą rekombinować wzajemnie lub reagować z otaczającym je medium, w tym z cząsteczkami polimeru. Gdy rodniki zlokalizowane na różnych łańcuchach polimerowych znajdują się w sprzyjającej pozycji względem siebie, może dojść do ich rekombinacji i wytworzenia nowego wiązania kowalencyjnego. Jeżeli ilość tak wytworzonych nowych wiązań jest wystarczająco duża (ze statystycznego punktu widzenia równa liczbie makrocząsteczek) w układzie pojawia się frakcja nierozpuszczalna - żel. Dalsze napromienianie takiego układu zwiększa ilość żelu, chociaż część makrocząsteczek (lub ich fragmentów) może wciąż pozostawać niezwiązana (frakcja zolowa).

## Podejście numeryczne

Stosując metodę elementów skończonych i wykorzystując komercyjnie dostępną aplikację ANSYS 5.4 opracowano trójwymiarowy model segmentu L2-L3 lędźwiowego odcinka kręgosłupa i przeprowadzono badania nad jego

and pharmaceutical applications mainly due to their high water content and rubbery nature which is similar to natural tissue as well as their biocompatibility. Years of research in this field resulted in the common use of hydrogels as soft contact lenses, wound dressings, drug-delivery systems, superabsorbents etc. with a number of products being commercially available [9,10,11,12,13].

They can be classified as neutral or ionic hydrogels based on the type of charges of their functional groups. They can also be classified as amorphous, semicrystalline, supermolecular structures, based on hydrogen bonds or hydrocolloidal aggregates.

Hydrogels can be easily obtained by radiation techniques, such as irradiation of pure polymer or monomer (solid or in solution) or irradiation of an aqueous solution of polymer.

The formation of hydrogels on irradiation can be simply explained as a result of mutual recombination of radicals coming from the interaction of ionising radiation with matter, which leads to polymerisation of monomers and polymer cross-linking [9,14]. General scheme of radiation formation of hydrogels is shown in FIG.2.

Free radicals, being very reactive intermediate products of irradiation, may recombine or react with the surrounding medium, also with the polymer molecules. When the radicals located on different polymer chains are favourably positioned they may undergo recombination, thus producing new covalent bonds. When the number of these new bonds is sufficiently high (from the statistical point of view it should be equal to the number of macromolecules) an insoluble fraction, gel, appears in the system. Further irradiation increases the amount of gel, although some macromolecules (or their fragments) may still remain unbound (sol).

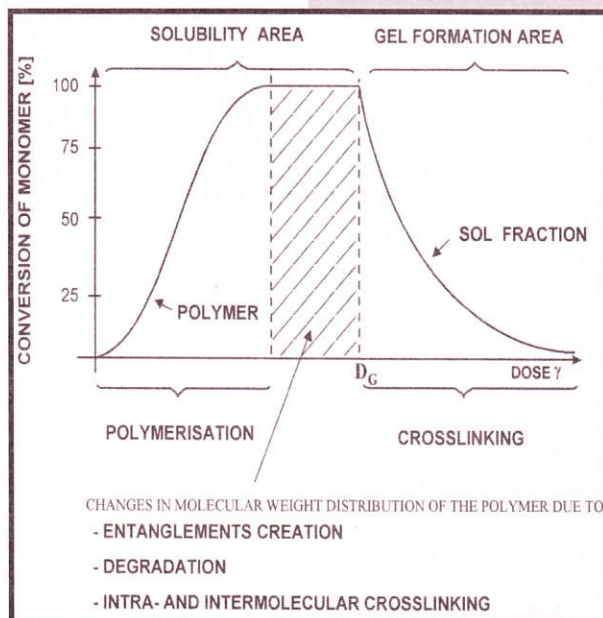
### Computational approach

A three dimensional finite element model of intact L2-L3 motion segment was created to study its behaviour under different loading conditions, using a commercially available finite element application, ANSYS 5.4. Mesh geometry was obtained from computer topographic scans for the shape and diameters of the intervertebral disc while the shape of vertebrae was approximated by "in life" measurements of cadaveric spine. The intact segment contained a total of 16904 nodes and 9132 elements (FIG.3).

Series of numerical simulations proved the model to work properly and represent the behaviour corresponding to the natural spinal segment (trace b in FIG.4).

Subsequently the model was reconstructed to simulate behaviour of two cylindrical implants inserted in the space normally occupied by the intervertebral disc. Numerical experiments provided information about mechanical properties of the material to be used for implant construction.

Once the approximation of desired mechanical properties of the implant was established an attempt to develop a suitable material has been taken up.



**RYS. 2. Schemat radiacyjnego tworzenia hydrożeli.**

**FIG. 2. Scheme of radiation formation of hydrogels.**



zachowaniem przy różnych warunkach obciążenia. Kształt dysku został odwzorowany na podstawie komputerowego skanowania topograficznego, podczas gdy kształt kręgów został wymodelowany w oparciu o fizyczne pomiary odpowiedniego fragmentu kręgosłupa. Separowany segment złożony był z ogólnej liczby 16904 węzłów i 9132 elementów skończonych (RYS.3).

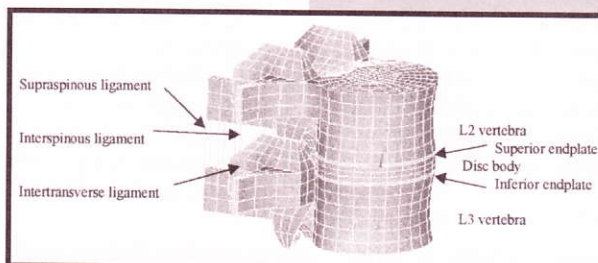
Przeprowadzone symulacje pokazały, że model komputerowy działa poprawnie i dobrze odzwierciedla pracę naturalnego dysku międzykręgowego (RYS. 4, przebieg b). Przebiegi c, d i e pokazują doświadczenia przeprowadzone na odcinkach kręgosłupa pobranych ze zwłok.

W następnej kolejności model został tak przekonstruowany, aby symulować zachowanie dwóch cylindrycznych implantów zastępujących dysk międzykręgowy. Eksperymenty numeryczne dostarczyły danych materiałowych, jakimi powinien charakteryzować się taki pojedynczy implant.

Znając przybliżone parametry wytrzymałościowe docelowej konstrukcji, która mogłaby być zastosowana jako sztuczny dysk międzykręgowy, podjęto próbę opracowania odpowiednich materiałów hydrożelowych spełniających te wymagania.

## Podejście eksperymentalne

Hydrożele komponowane były głównie z następujących monomerów: VP (N-winylopirolidon), HEMA (metakrylan



**RYS. 3. Model układu kręg L2 - dysk międzykręgowy - kręg L3 stworzony za pomocą elementów skończonych.**

**FIG. 3. Finite element mesh used for the purpose of the analysis of L2-intervertebral disc-L3 body units.**

## Experimental approach

Hydrogels were prepared mainly from monomers: VP (N-vinyl pyrrolidone), HEMA (2-hydroxyethyl methylacrylate), MMA (methyl methylacrylate).

Monomer mixtures were irradiated in glass containers with radiation doses of 5-6 kGy. Solid material obtained in this way was then mechanically shaped into cylinders, approximately 20 mm in height and 20 mm in diameter. Polymeric cylinders were then left in water to attain the equilibrium swelling. Thus prepared hydrogel

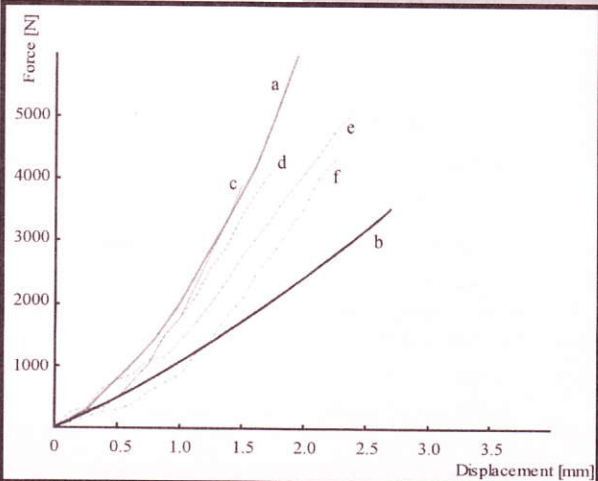
samples were examined in axial compression tests which provided data on mechanical properties of the investigated material (strain vs. deformation). Subsequently, numerical simulations were performed for a L2-L3 spinal segment with two cylindrical implants characterised by the experimental parameters from the compression tests. Simulation showed that the hydrogel material used in these experiments was too delicate. However, taking into account its good swelling properties and overall mechanical characteristics, the area of the investigations seems to be correct. FIG.4, trace a, presents theoretical behaviour of a pair of cylindrical hydrogel implants, made of material having a 100-times higher strength.

Attempts were made also to construct a prototype of an implant consisting of an inner part made of hydrogel and a membrane shell being a highly tensile polyester fabric.

Solid polymer was prepared as described above and then shaped into a cylinder, 30 mm high and 12 mm in diameter.

**RYS. 4. Siła osiowego ściskania w zależności od osiowego przemieszczenia. Porównanie eksperymentów i symulacji komputerowych;**

a) symulacja komputerowa dla segmentu L2-L3 z parą implantów (x 100),  
b) symulacja komputerowa dla segmentu L2-L3 z dyskiem,  
c) segment L2-L3 - eksperyment [7],  
d) segment L2-L3 - eksperyment [6],  
e) segment L3-L4 - eksperyment [6],  
f) segment L4-L5 - eksperyment [6].



**FIG. 4. Axial compressive force versus axial displacement. Comparison of the numerical and experimental results;**

a) numerical simulation of L2-L3 segment with a pair of implants (x 100),  
b) numerical simulation of L2-L3 segment with a disc,  
c) L2-L3 segment - experiment [7],  
d) L2-L3 segment - experiment [6],  
e) L3-L4 segment - experiment [6],  
f) L4-L5 segment - experiment [6].

2-hydroksyetylu), MMA (metakrylan metylu).

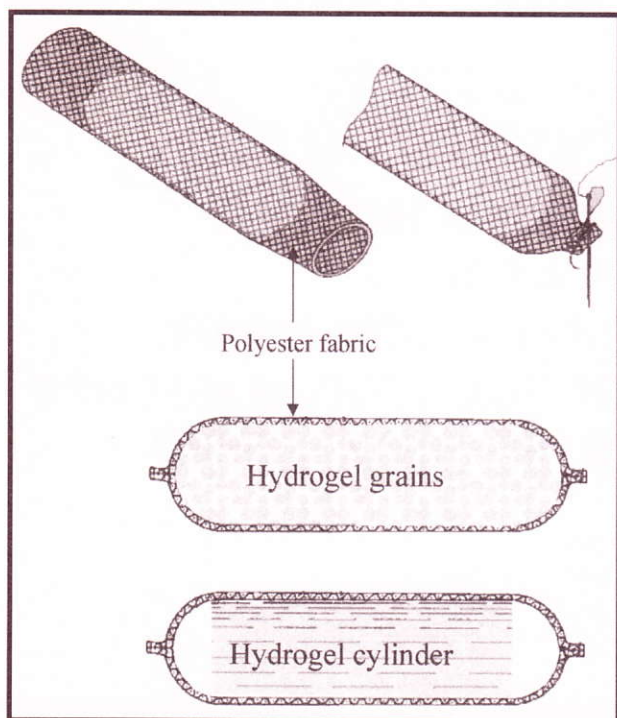
Mieszaniny monomerów umieszczone w szklanych pojemnikach napromieniano dawkami 5-6 kGy. Z otrzymanego w ten sposób surowego materiału wytaczano cylindryczne próbki o wysokości i średnicy 20mm. Następnie, próbki były pozostawiane w wodzie do osiągnięcia równowagowego stopnia spęcznienia i w takim stanie poddawano je testom na wytrzymałość przy ściskaniu osiowym. Otrzymane w ten sposób informacje o parametrach wytrzymałościowych badanego hydrożelu wykorzystano do przeprowadzenia symulacji pracy odcinka L2-L3, zawierającego dwa cylindryczne

Some of the material was disintegrated. Grain fractions obtained had the diameters ranging from 0.5 mm up to several millimetres. Subsequently the polymer cylinders and grains were wrapped in polyester fabric, sewn up (FIG.5) and left in water to attain the absorption equilibrium. Then the samples were subjected to compression tests.

As it was expected, swelling of hydrogel caused a remarkable pressure increase inside the fabric layer making that the whole element showed higher rigidity and strength. Unfortunately, the fabric selected for these preliminary tests was too porous and in compression tests the hydrogel was squeezed



implanty wykonane z tegoż materiału. Obliczenia pokazały, że materiał hydrożelowy użyty w opisywanych badaniach jest zdecydowanie zbyt delikatny (około 100 razy). Jeżeli jednak wziąć pod uwagę łatwość pęcznienia i ogólny charakter parametrów wytrzymałościowych materiału, to wydaje się, że poszukiwania podążają w dobrym kierunku. Rysunek 4, przebieg a, przedstawia teoretyczne zachowanie pary cylindrycznych, hydrożelowych implantów skonstruowanych ze 100 razy wytrzymalszego materiału.



**RYS. 5. Prototypy implantów hydrożelowo-tkaninowych.**

**FIG. 5. Hydrogel-fabric elements.**

Podjęto również próbę skonstruowania prototypu implantu, który składał się z hydrożelowego jądra i przepuszczającej wodę otoczki wykonanej z tkaniny poliestrowej.

Surowy polimer otrzymano opisaną poprzednio metodą radiacyjną i wytoczono cylinder o wysokości 30 mm i średnicy 12 mm. Część materiału została rozdrobniona. Otrzymano kilka frakcji ziaren o średnicach od 0.5 mm do kilku milimetrów. Następnie cylindry, jak i ziarna zostały zaszyte w woreczkach z tkaniny poliestrowej (RYS.5), pozostawione w wodzie do równowagowego spęcznienia i poddane testom wytrzymałościowym.

Tak jak zakładano, dzięki otoczce okalającej pęczniący hydrożel, we wnętrzu wytworzyło się znaczne ciśnienie, dzięki czemu cała konstrukcja stała się bardziej sztywna i wytrzymała na obciążenie. Niestety, tkanina poliestrowa wybrana do tych wstępnych eksperymentów okazała się zbyt porowata i podczas obciążania w testach wytrzymałościowych hydrożel przeciskał się przez jej pory. Działo się tak zarówno w przypadku ziaren hydrożelowych, jak i cylindrów, uniemożliwiając wykonanie kompletnych testów wytrzymałościowych.

## Wnioski

Została opracowana i sprawdzona prosta i wydajna metoda otrzymywania hydrożeli, które są wolne od zanieczyszczeń, łatwo ulegają spęcznieniu i mogą być formowane w dowolne kształty. Stworzono zaawansowany model numeryczny lędźwiowego odcinka kręgosłupa, L2-L3 i po-

out. This happened in the case of both cylindrically shaped and grained samples of the polymeric material disabling completion of the loading tests.

## Conclusions

An easy and efficient method of obtaining hydrogels free from impurities, with desired shapes and good swelling properties has been developed and verified in this study. An advanced numerical model of L2-L3 spinal segment has been elaborated and its functionality in loading tests has been positively verified. Despite the fact that the first hydrogel compositions used for the compression tests were too delicate, the general area of investigations seems to be correct. The obtained results show good agreement with the data reported by other authors studying the behaviour of natural human intervertebral discs (FIG.4).

New hydrogel compositions of enhanced mechanical strength will be prepared for further investigations.

The presented studies aimed at medical applications and the obtained results add to current knowledge of the implant systems for the human vertebral column.

## Piśmiennictwo References

- [1] Best B.A., Guilak F., Setton L. A., Zhu W., Saed-Nejad F., Ratcliffe A., Weidenbaum M., Mow V.C.: Compressive Mechanical Properties of the Human Anulus Fibrosus and Their Relationship to Biomechanical Composition. *Spine*, 19, (1994), 212-221.
- [2] Goel V.K., Monroe T., Gilbertson L.G., Brinckmann P., Rer N.: Interlaminar Shear Stresses and Laminae Separation in a Disc. *Spine*, 20, (1995), 689-698.
- [3] Iatridis J.C., Weidenbaum M., Setton L., Mow V.C.: Is the Nucleus Pulposus a Solid or a Fluid? Mechanical Behaviour of the Nucleus Pulposus of the Human Lumbar Intervertebral Disc. *Spine*, 21, (1996), 1174-1184.
- [4] Krismer M., Heid Ch., Rabl W.: The Contribution of Anulus Fibers to Torque Resistance. *Spine*, 21, (1996), 2551-2557.
- [5] Skaggs D. L., Weidenbaum M., Iatridis J.C., Ratcliffe A., Mow V.C.: Regional Variation in Tensile Properties and Biomechanical Composition of the Human Lumbar Anulus Fibrosus. *Spine*, 19, (1994), 1310-1319.
- [6] Brown T, Hansen R.J., Yorra A.J.: Some mechanical tests on the lumbosacral spine with particular references to intervertebral discs. *J. Bone Joint Surg.*, 39, (1957), 1135-1164.
- [7] Markolf KL, Moris JM.: The structural components of the intervertebral disc. A study of their contributions to the ability of the disc to withstand compressive force. *J. Bone Joint Surg.*, 56, (1974), 675-687.
- [8] US Patent No. 5824093; 20.10.1998
- [9] Rosiak J.M.: Radiation formation of hydrogels for drug delivery. *Journal of Controlled Release*, 31, (1994), 9-19.
- [10] Singh H., Vasudevan P. and Ray A.R.: Polymeric hydrogels: preparations and biomedical applications. *J. Scient. Ind. Res.*, 39, (1980), 162.
- [11] Kaetsu I.: Immobilization of bifunctional substances. *Radiat. Phys. Chem.*, 40, (1981), 157.
- [12] Pepas N.A.: "Hydrogels in Medicine and Pharmacy", CRC Press, Boca Raton, 1986.
- [13] Rosiak J.M., Yoshii F.: Hydrogels and their medical applications. *Nucl. Instr. and Meth. in Phys. Res. B*, 151, (1999), 56-64.
- [14] Rosiak J.M., Ulanski P.: Synthesis of hydrogels by irradiation of polymers in aqueous solution. *Radiat. Phys. Chem.*, 55, (1999), 139-151.



twierdzono jego prawidłowe funkcjonowanie podczas symulacji obciążeniowych. Pomimo iż pierwsze, przetestowane na wytrzymałość kompozycje hydrożelowe okazały się zbyt miękkie, wydaje się, że poszukiwania podążają w dobrym kierunku, a rezultaty symulacji numerycznych wykazują znaczącą zgodność z wynikami testów przeprowadzanych przez innych naukowców na naturalnych ludzkich dyskach.

W oparciu o uzyskane wyniki planuje się wykonanie serii nowych, wytrzymałszych kompozycji hydrożelowych.

Wykonane badania przeprowadzone były pod kątem przyszłych zastosowań medycznych, a ich rezultaty mają uzupełnić obecną wiedzę na temat systemów implantacyjnych dla kręgosłupa ludzkiego.

## ANALIZA PRZYCZYN PRZEDWCZESNEGO ZUŻYCIA POLIETYLENOWYCH PANEWEK ENDOPROTEZ STAWU BIODROWEGO

WOJCIECH BALCEROWIAK\*, JANUSZ OTFINOWSKI\*\*

ANDRZEJ PAWELEC\*\*\*

\*LABORATORIUM TERMOANALITYCZNE INSTYTUTU CIĘŻKIEJ SYNTEZY ORGANICZNEJ, KĘDZIERZYN-KOŹLE,

\*\*KLINIKA TRAUMATOLOGII

COLLEGIUM MEDICUM UNIwersYTETU JAGIELLOŃSKIEGO, KRAKÓW

\*\*\*KLINIKA ORTOPEDII

COLLEGIUM MEDICUM UNIwersYTETU JAGIELLOŃSKIEGO, KRAKÓW

### Streszczenie

*Metodą DSC badano stopień krystaliczności polietyleny z nowych i przedwcześnie uszkodzonych panewek endoprotez stawów biodrowych. Stwierdzono, że w panewkach uszkodzonych jest on istotnie wyższy.*

**Słowa kluczowe:** Polietylen, stopień krystaliczności, DSC, endoprotezy stawu biodrowego.

### Wprowadzenie

W alloplastyce całkowitej stawu biodrowego stosuje się najczęściej endoprotezy z panewką polimerową wykonaną z polietyleny o bardzo wysokim ciężarze cząsteczkowym - UHMWPE [1,2,11]. W piśmiennictwie medycznym pojawia się coraz więcej publikacji opisujących przypadki przedwcześniego zużycia polietylenowych panewek, połączonego często ze złamaniem i rozkwałkowaniem polietyleny [3,5,6,7,8,9,10]. Jako możliwe przyczyny przedwcześniego zużycia i uszkodzenia panewek przyjmuje się na ogół wadliwą implantację endoprotezy, uraz przekraczający wytrzymałość materiału, wady konstrukcyjne panewki oraz wady materiałowe polietyleny. W większości opisywanych przypadków udaje się jednak wykluczyć niewłaściwą implantację, jak również uraz, jako przyczyny uszkodzenia polietylenowych panewek. Można więc podejrzewać, że w tych przypadkach przyczyną przedwcześniego zużycia panewek może być ich wada materiałowa.

Aby to wyjaśnić postanowiliśmy przeprowadzić badania wewnętrznej struktury krystalicznej polietyleny - PE -

## INQUIRY INTO THE REASONS FOR PREMATURE WEAR OF POLYETHYLENE CUPS IN HIP PROSTHESES

WOJCIECH BALCEROWIAK\*, JANUSZ OTFINOWSKI\*\*

ANDRZEJ PAWELEC\*\*\*

\*THERMAL ANALYSIS LAB. OF THE INSTITUTE OF HEAVY ORGANIC SYNTHESIS, KĘDZIERZYN-KOŹLE,

\*\* TRAUMATOLOGY DEPARTMENT OF THE JAGIELLONIAN UNIVERSITY MEDICAL COLLEGE, KRAKÓW

\*\*\*ORTHOPAEDICS DEPARTMENT OF THE JAGIELLONIAN UNIVERSITY MEDICAL COLLEGE, KRAKÓW

### Abstract

*DSC was employed to study crystallinity of PE from new and prematurely worn out cups of hip prostheses. Much higher degrees of crystallinity were found in the worn out cups.*

**Keywords:** Polyethylene, Degree of crystallinity, DSC, Hip joint prostheses.

### Introduction

Most of the endoprostheses used in total hip arthroplasty have polymer cups made of very high-density polyethylene - UHDPE [1,2,11]. In a growing number of publications reported is excessive, premature mechanical wear of the polyethylene cups [3,5,6,7,8,9,10]. There may be several reasons for the premature wear: incorrect implantation of the endoprosthesis, trauma exceeding the strength of material, structural failure of the cup and material failure of polyethylene.

However, in the majority of reported cases incorrect implantation of the hip prosthesis and/or patient's excessive physical activity have been ruled out as the causes of cup damage. It is very probable that the damages of polyethylene cups are due to the failure of material itself.

Therefore we have decided to examine the internal crystalline structure of the polyethylene- PE - derived from new, unused cups and from the used, damaged ones (prematurely worn out, cracked or broken) retrieved from



pochodzącego z nowych, nieużywanych dotąd panewek oraz z panewek przedwcześnie zużytych (nadmiernie wytartych, pękniętych lub złamanych), które usunięto od chorych podczas operacji rewizyjnych stawów biodrowych.

Wyniki tych badań przedstawiamy poniżej.

### Założenia badawcze

Wady panewki polietylenowej dotyczyć mogą jej cech konstrukcyjnych i/lub materiałowych. Doświadczalna weryfikacja hipotezy o wadach materiałowych (polietylenu) jako przyczynie przedwczesnego zużycia się panewki może być przeprowadzona na podstawie badania materiału zużytej (uszkodzonej) panewki. Cechy materiału polimerowego pochodzącego z usuniętych od chorych panewek polietylenowych można określać na podstawie:

- retrospektywnego wnioskowania o stanie materiału (PE) pierwotnego na podstawie stanu materiału polimerowego z panewek przedwcześnie zużytych,
- porównania cech / właściwości PE z panewek przedwcześnie zużytych i nowych,

Przystępując do badań braliśmy pod uwagę:

- niemożliwość zbadania PE z panewek zużywających się "prawidłowo", ze względu na niedostępność materiału z tych ostatnich,

- jakie cechy i właściwości PE są możliwe do określenia przy użyciu metod i technik pomiarowych właściwych do zastosowania w badaniu małych próbek PE.

Cechą fizyczną polimeru, którą można oznaczać w małych próbkach, bez jakiegokolwiek (poza pobraniem próbki analitycznej) ich przygotowania, jest stopień krystaliczności, szczególnie wtedy, gdy określa się go metodami kalorymetrycznymi, a szczególnie metodą DSC [4]. Zdefiniowany on jest wówczas jako stosunek ciepła topnienia badanej próbki polimeru, i ciepła topnienia fazy krystalicznej tego polimeru, (oznaczanego w tym samym zakresie temperatur) [4]:

$$w_{c,h} = \frac{\Delta h_t}{\Delta h_{t,c}} \quad (1)$$

Postanowiliśmy zbadać/oznaczać stopień krystaliczności, metodą DSC, próbek PE z panewek przedwcześnie zużytych i nowych, w ich stanie oryginalnym (dostępnym), tj. bez normowania ich historii termicznej oraz oszacować parametry rozkładu tej cechy w poszczególnych populacjach próbek. Badanie to miało ustalić czy stopień krystaliczności PE w panewkach przedwcześnie zużytych jest równy czy różny od stopnia krystaliczności PE w panewkach nowych.

## Materiał i metodyka

Zbadano 130 próbek PE o wadze 5 mg, pobranych z 48 nowych panewek polietylenowych podczas ich pierwotnej implantacji chirurgicznej oraz 38 próbek PE, o tej samej wadze, pochodzących z 14 przedwcześnie zużytych panewek polietylenowych, usuniętych od chorych podczas operacji rewizyjnych stawu biodrowego. Okres implantacji badanych panewek polietylenowych wynosił od 10 miesięcy do 4 lat. Wszystkie badane panewki wykonane były z polietylenu o bardzo wysokim ciężarze cząsteczkowym UHMWPE Chirulen, DIN 58834.

### Aparatura

Stosowano różnicowy kalorymetr skaningowy DSC-30 w systemie termoanalitycznym Mettler TA-4000. Temperaturę i ciepłą kalibrację przyrządu przeprowadzano standardowo, wg zaleceń producenta i kontrolowano badając, w ww. warunkach pomiarowych, topnienie indu ( $T_i = 156,6^\circ\text{C}$ ,  $\Delta h_i = 28,45 \text{ J/g}$ ).

the patients at the time of revision surgery.

The results of this research are presented below.

### Working assumptions

Generally, the cup may fail in the construction and/or in the material. Experimental verification of the hypothesis of PE (material) failure as the reason for premature wear of the cup is based on examination of the material from the worn out cup. The characteristics of the polymer can be specified on the grounds of:

- retrospective conclusion on the condition of original PE material, based on the condition of PE material retrieved from the prematurely worn out cups,
- comparison of the properties of PE from new cups and from the prematurely worn out ones.

Before the investigation we took into account:

- the fact that examination of PE from the cups worn out 'correctly' was impossible, due to unavailability of such material,
- properties and characteristics of PE possible to determine by methods and measuring techniques applicable in the examination of small samples of PE.

One of the physical properties of polymers, possible to determine in small samples, without any preparation, is the degree of crystallinity, especially in the cases where calorimetric methods are used, such as DSC [4]. The degree of crystallinity is then defined as a ratio of the melting heat of the polymer sample,  $\Delta h_t$ , to the melting heat of the polymer crystalline phase,  $\Delta h_{t,c}$  (determined in the same temperature range):

$$w_{c,h} = \frac{\Delta h_t}{\Delta h_{t,c}} \quad (1)$$

The authors decided to find, by DSC, the degree of crystallinity of PE samples from the prematurely worn out cups and from the new, as received ones, i.e. without standardising their thermal history, and to evaluate distribution parameters of that characteristics in the specific sample populations. The objective of this work was to find out whether or not the degree of crystallinity of PE in the prematurely worn out cups is equal to that of PE in the new ones.

## Materials and methods

130 samples of PE, each single piece of about 5 mg, taken from 48 new PE cups at the time of their surgical implantation and 38 samples of PE (of the same weight) taken from 14 prematurely worn out cups retrieved from the patients at the time of the revision operations. The periods of implantation of the retrieved cups were from 10 months to 4 years. All the cups were made of Chirulen HDPE up to DIN 58834.

### Apparatus

The Mettler DSC-30 differential scanning calorimeter coupled with Mettler TA-4000 Thermal Analysis System was used. The apparatus was calibrated in terms of temperature and heat in a standard manner following manufacturer's instructions, and was controlled by melting of indium in the specified conditions ( $T_i = 156.6^\circ\text{C}$ ,  $\Delta h_i = 28,45 \text{ J/g}$ ).

### Method to measure the degree of crystallinity

A sample of PE (single piece of about 5 mg) was weighed (with an accuracy of  $1\mu\text{g}$ ) in a standard aluminium

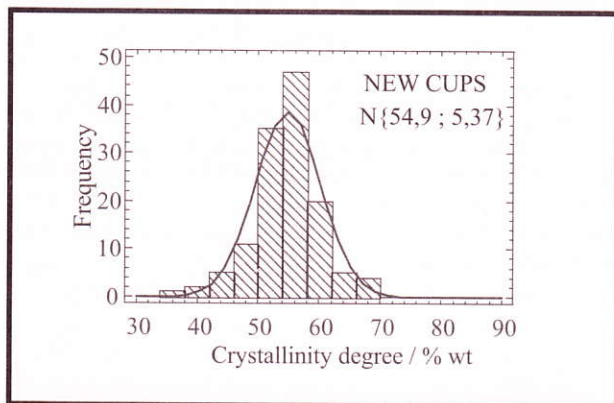


### Metodyka pomiaru stopnia krystaliczności

Próbkę PE (w jednym kawałku, o masie około 5 mg) odważano w standardowym tygielku aluminiowym (z dokładnością do  $1\mu\text{g}$ ), który kapslowano przykrywką z małym otworem. Próbkę ogrzewano w różnicowym kalorymetrze skaningowym z szybkością ogrzewania  $\beta = 6^\circ\text{C min}^{-1}$ , w zakresie temperatur od 30 do  $170^\circ\text{C}$ , w dynamicznej atmosferze gazu obojętnego (argonu lub azotu). Ciepło topnienia próbki PE określano całkując endotermiczny pik krzywej DSC ("pik topnienia") w zakresie temperatur  $60 \div 55^\circ\text{C}$ , w stosunku do linii prostej łączącej punkty graniczne na krzywej DSC. Stopień krystaliczności polimeru obliczano według wzoru (1), przyjmując  $\Delta h_{t,c} = 290 \text{ J/g}$ .

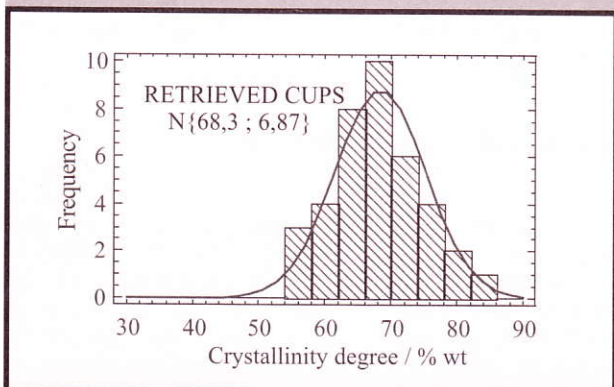
## Wyniki

Na podstawie szczegółowej analizy statystycznej wyników pierwotnych, których statystyki pozycyjne przedstawiono w TABELI 1, stwierdzono, że stopień krystaliczności ma w obu populacjach próbek PE rozkład normalny o para-



**RYS.1. Stopień krystaliczności polietylenu z nowych panewek.**

**FIG.1. Degree of crystallinity of PE from new cups samples.**



**RYS.2. Stopień krystaliczności polietylenu z uszkodzonych panewek.**

**FIG.2. Degree of crystallinity of PE from retrieved cups samples.**

metrach:  $N\{54.9; 5.37\}$  dla panewek nowych (RYS.1) i  $N\{68.3; 6.87\}$  dla panewek zużytych - (RYS.2).

Analiza stopnia krystaliczności polietylenu pochodzącego z panewek nowych i z panewek używanych wykazuje, że średnia wartość stopnia krystaliczności w panewkach przedwcześnie zużytych, usuniętych od chorych podczas operacji rewizyjnych, wynosząca 68,33 jest wyższa niż w panewkach nowych, gdzie wynosi 54,86 (TAB.1).

pan covered with a cap having a small hole in it. The sample was heated in DSC at a rate  $\beta = 6^\circ\text{C min}^{-1}$ , in the temperature range from 30 to  $170^\circ\text{C}$ , in a dynamic atmosphere (flowing nitrogen or argon). Melting heat of the PE sample was found by integration of the endothermic peak on a DSC curve ("melting peak") in the temperature range  $60 \div 155^\circ\text{C}$ , in relation to a straight line connecting the limiting points in the DSC line. The degree of crystallinity of the polymer was found from formula (1), assuming  $\Delta h_{t,c} = 290 \text{ J/g}$ .

## Results

Based on detailed statistic analysis of the original results (of which the positional statistics is shown in TABLE1), it was found that the degree of crystallinity in both populations of PE samples had normal distribution with the parameters:  $N\{54.9; 5.37\}$  for the new cups (FIG.1) and  $N\{68.3; 6.87\}$  for the prematurely worn out ones (FIG.2).

It was found that average values of crystallinity degree for the population of PE samples retrieved from the damaged cups, 68.33 wt%, were clearly higher than those for PE samples from the new cups, 54.86 wt% (TABLE 1).

For both PE sample populations, the distribution of values of crystallinity degree was found to be extraordinarily high:  $\sim 37.8 \div 69.2 \text{ wt\%}$  and  $\sim 54.5 \div 83.0 \text{ wt\%}$  for the new cups and the damaged ones, respectively (TABLE 1).

## Discussion

Mechanical damage of the hip joint endoprosthesis is regarded as a serious complication in total arthroplasty of the hip joint. It destroys the effects of the hip joint operation and entails the necessity to reoperate on the patient. Obviously, the occurrence of such complications makes it necessary to look for the causes which perhaps might be eliminated in order to reduce the probability of further failures.

On examining the cases of premature wear of PE cups, incorrect implantation, traumas, and/or patient's excessive physical activity were ruled out as the causes of the cup damage. On the other hand, it was found that average values of crystallinity of the population of PE samples retrieved from the damaged cups (68.3 wt%) were clearly higher than those for PE samples from the new cups (54.9 wt%). The hypothesis that the average values for both populations are equal was rejected already at a significance level  $\alpha = 1 \cdot 10^{-15}$ , based on one-sided "t" test.

It should be also emphasised that the distribution of values representing the degree of crystallinity of PE from the new PE cups was found to be exceptionally high ( $\sim 37.8 \div 69.2 \text{ wt\%}$ ) which means that polyethylene used in manufacturing of the cups is not a homogeneous material.

The obtained results show that the most probable cause of the premature damage of the PE cups was diversified internal crystalline structure of polyethylene used in their manufacturing.

## Conclusions

1. In the light of the results reported herein, the hypothesis of material failure of PE as the reason for premature wear of the implants must not be rejected.
2. Significant differences in crystallinity degrees of PE in new implants (above 30 wt%) suggest that further improvements are necessary in the manufacturing of PE and its processing.



	PE z nowych panewek PE from new cups	PE z uszkodzonych panewek PE from damaged cups
Ilość próbek Number of samples	130	38
Średnia wartość stopnia krystaliczności Average value	54,86	68,33
Odchylenie standardowe Standard deviation	5,37	6,87
Wartość minimalna Minimum value	37,8	54,5
Wartość maksymalna Maximum value	69,2	83,0
Zakres (max. - min.) Range (max. - min.)	31,4	28,5

**TABELA 1. Wyniki pomiarów stopnia krystaliczności PE.**

**TABLE 1. The results of the measurements of the PE crystallinity.**

Dla obu populacji próbek stwierdzono nadspodziewanie duży rozrzut wartości badanej cechy (stopnia krystaliczności):  $37,8 \div 69,2$  %wt. w przypadku panewek nowych i  $54,5 \div 83,0$  %wt. w przypadku panewek przedwcześnie zużytych (TAB.1).

## Omówienie

Mechaniczne uszkodzenie endoprotezy stawu biodrowego stanowi poważne powikłanie alloplastyki całkowitej tego stawu, gdyż niweczy efekty wykonanej operacji i wiąże się z koniecznością reoperacji chorego. Pojawienie się takiego powikłania skłania zawsze do poszukiwania jego przyczyn, aby przez ich eliminację zmniejszyć prawdopodobieństwo wystąpienia podobnych powikłań w przyszłości.

Analizując omawiane przypadki przedwczesnego zużycia panewek polietylenowych wykluczaliśmy, jako przyczyny ich uszkodzeń, wadliwą implantację endoprotez, urazy, jak również zbyt intensywną eksploatację implantowanych stawów. Stwierdziliśmy natomiast wyraźnie wyższą średnią wartość stopnia krystaliczności populacji próbek PE pobranych z panewek, które uległy uszkodzeniu (68,3 %wt.), w stosunku do wartości średniej stopnia krystaliczności populacji próbek PE z panewek nowych (54,9 %wt.). Hipotezę o równości średnich obu porównywanych populacji odrzuciliśmy, na podstawie jednostronnego testu "t", już na poziomie istotności  $\alpha = 1 \cdot 10^{-15}$ .

Warto również zwrócić uwagę na nadspodziewanie duży rozrzut wartości badanej cechy (stopnia krystaliczności):  $\sim 37,8 \div 69,2$  %wt. w przypadku panewek nowych świadczący o dużej niejednorodności materiału stosowanego w panewkach polietylenowych endoprotez stawu biodrowego.

Uzyskane wyniki pozwalają na stwierdzenie, że najbardziej prawdopodobną przyczyną przedwczesnego zużycia badanych panewek endoprotez stawów biodrowych była zmiana wewnętrznej struktury krystalicznej polietylenu użytego do ich produkcji.

## Wnioski

1. W świetle wyników referowanych badań hipoteza o wadzie materiałowej PE, jako przyczynie nadmiernie szybkiego zużywania się panewek nie może być odrzucona.
2. Duży rozrzut stopnia krystaliczności PE w nowych panewkach (zakres  $> 30$  %wt.) sugeruje konieczność doskonalenia procesów wytwarzania polimeru i technologii (techniki) jego przetwórstwa.

## Piśmiennictwo

## References

- [1] Boenig H.V.: Structure and properties of polymers. In: Nieldenzu K, Zimmer H, eds. Thieme Editions in chemistry and related areas. Stuttgart, etc; Georg Thieme Publishers, (1973), 140-77.
- [2] Charnley J.: Low Friction Arthroplasty of the Hip. Theory and Practice, Springer-Verlag, Berlin, 1979
- [3] Collins D.N, Chetta S.G, Nelson C.L.: Fracture of the acetabular cup; a case report. J Bone Joint Surg [Am]; 64-A, (1982), 939-40.
- [4] Hay J.N.: Applications of thermal analysis of polymers. In: Charsley EL, Warrington SB, eds. Thermal analysis - techniques and applications. The Royal Society of Chemistry, Cambridge; (1992), 172-4.
- [5] Otfinowski J., Dutka J.: Złamanie panewki polietylenowej jako wczesne powikłanie całkowitej alloplastyki stawu biodrowego. Chir. Narz. Ruchu i Ortop. Pol., 56, (1991), 150-4.
- [6] Otfinowski J., Pawelec A.: Changing crystallinity of polyethylene in the acetabular cups of Weller hip prosthesis. J. Bone Joint Surg., 77-B, (1995), 802-805.
- [7] Salvati E.A, Wright T.M, Burstein AH, Jacobs B.: Fracture of polyethylene cups: report of two cases. J. Bone Joint Surg [AM]; 61-A, (1979), 1239-42.
- [8] Stuck K.J., Falahee M.H, Brandon C.J.: Fracture of the polyethylene acetabular cup in total hip arthroplasties. Can Assoc Radiol J, 39, (1988), 65-7.
- [9] Weightman B., Isherwood D.P., Swanson S.A.V.: The fracture of ultrahigh molecular weight polyethylene in human body. J. Biomed Mater Res., 13, (1979), 669-72.
- [10] Ziabicki A. (tłum.): Definicje terminów dotyczących polimerów krystalicznych, Polimery, 3, (1993), 137-40.



# NIEPOWODZENIA W ALLOPLASTYCE STAWU BIODROWEGO ZWIĄZANE Z POLIETYLENEM

JANUSZ OTFINOWSKI\*, ZBIGNIEW RUDZKI\*\*, ANDRZEJ PAWELEC\*\*\*,  
BOGUSŁAW FRĄCZUK\*

\* KLINIKA TRAUMATOLOGII

COLLEGIUM MEDICUM UNIwersYTETU JAGIELLOŃSKIEGO W KRAKOWIE

\*\* ZAKŁAD PATOMORFOLOGII KLINICZNEJ I DOŚWIADCZALNEJ

COLLEGIUM MEDICUM UNIwersYTETU JAGIELLOŃSKIEGO W KRAKOWIE

\*\*\* KLINIKA ORTOPEDII

COLLEGIUM MEDICUM UNIwersYTETU JAGIELLOŃSKIEGO W KRAKOWIE

## Streszczenie

Polietylen jest obecnie powszechnie stosowanym materiałem implantacyjnym w chirurgii ortopedycznej. Pojawiające się ostatnio coraz liczniej doniesienia przedstawiające problemy związane z jego długotrwałą implantacją świadczą o tym, że materiał ten obok swych niewątpliwych zalet nie jest również pozbawiony wad. Do tych ostatnich należą: nadmiernie szybkie zużycie niektórych panewek polietylenowych, odwarstwienia i złuszczenia powierzchni nośnej panewek, złamania i rozkawałkowania panewek polietylenowych oraz wywoływanie niekorzystnych reakcji biologicznych ustroju wokół implantowanych endoprotez stawów biodrowych. Niestabilność struktury wewnętrznej polietylenu i wzrost stopnia krystaliczności panewek polietylenowych mogą powodować zmianę ich właściwości mechanicznych i stanowić źródło powikłań po alloplastykach stawów biodrowych.

**Słowa kluczowe:** endoprotezy stawu biodrowego, panewki polietylenowe, zużycie, niepowodzenia alloplastyki stawów biodrowych.

Polietylen jest obecnie powszechnie stosowanym materiałem implantacyjnym w chirurgii substytucyjnej stawów. Przed laty, kiedy był wprowadzany do endoprotezoplastyki wydawało się, że dzięki jego dobrej tolerancji biologicznej, dużej wytrzymałości mechanicznej i niskiej cenie spełni wszystkie wymagania stawiane biomateriałom. Pojawiające się jednak coraz częściej doniesienia wskazują, że obok swych niewątpliwych zalet materiał ten posiada też poważne wady, które ujawniają się dopiero w trakcie jego dłuższej eksploatacji w organizmie. Liczne obserwacje wykazują, że panewki polietylenowe endoprotez stawu biodrowego ulegają z czasem widocznym zmianom makroskopowym [16,32] w postaci: zmian zabarwienia i zmian struktury ich powierzchni nośnej, postępującego wycierania ich ścian [10] oraz pojawiania się pęknięć i ubytków powierzchni nośnej, doprowadzających do znacznego osłabienia materiału [5,7,15,24,26,29]. Nie bez znaczenia są również odczynowe reakcje biologiczne tkanek wokół implantowanych panewek polietylenowych, które mogą doprowadzać do rozległej osteolizy powodującej obłuzowanie endoprotezy. U podłoża opisywanych uszkodzeń mechanicznych i przedwczesnego zużywania się panewek endoprotez leżą niewątpliwie zmiany wewnętrznej struktury przestrzennej polimeru. Jak wiadomo, stosowany w chirurgii ortopedycznej polietylen o wysokiej gęstości UHDPE charakteryzuje się dwufazową strukturą,

# FAILURES IN TOTAL HIP ARTHROPLASTY CONNECTED WITH POLYETHYLENE

JANUSZ OTFINOWSKI\*, ZBIGNIEW RUDZKI\*\*, ANDRZEJ PAWELEC\*\*\*,  
BOGUSŁAW FRĄCZUK\*

\* TRAUMATOLOGY DEPARTMENT OF THE JAGIELLONIAN UNIVERSITY  
MEDICAL COLLEGE, KRAKÓW

\*\* PATHOLOGY DEPARTMENT OF THE JAGIELLONIAN UNIVERSITY  
MEDICAL COLLEGE, KRAKÓW

\*\*\* ORTHOPAEDICS DEPARTMENT OF THE JAGIELLONIAN UNIVERSITY  
MEDICAL COLLEGE, KRAKÓW

## Abstract

Polyethylene is commonly used as a component in the majority of hip joint prostheses. Growing number of information regarding failures of the polyethylene due to its long-term implantation shows that this material, besides obvious advantages, has also many disadvantages. The latter are undoubtedly: excessive wear of some polyethylene cups, delamination and peeling of the bearing surfaces of the cups, fracture and fragmentation of the cups and ability to cause harmful biological reactions. Unstable internal structure of the polyethylene and varying crystallinity of the polyethylene cups may cause changes in the mechanical properties of the cups with consequent failure of the hip arthroplasty.

**Key words:** hip prosthesis, polyethylene acetabular cups, wear, failures in hip arthroplasty

Polyethylene is nowadays a commonly used implantation material in joint replacement surgery. Years ago, when it was first introduced to orthopaedic surgery, it seemed that, due to its good biological tolerance, high mechanical strength, and low price, it would meet all the requirements imposed on biomaterials. However, increasing number of reports indicated that in addition to the undisputed advantages, this material also had some serious drawbacks, which appeared only in the course of its long-term exploitation in the organism. Numerous observations have shown that polyethylene acetabular cups undergo visible macroscopic changes with time [16,32], these being changes in colour and structure of the bearing surfaces, progressive erosion of their walls [10], and the appearance of cracks and cavities on the bearing surface, leading to significant weakening of the material [5,7,15,24,26,29]. Biological reactions in the tissue around the implanted polyethylene acetabular cups are also of significance, and may become a source of failure after a completed alloplasty.

Mechanical damages and premature wear of the polyethylene cups are undoubtedly caused by changes in the internal structure of the polymer itself. It is well known that the high density polyethylene - UHDPE - used in orthopaedic operations has a two-phase structure, which consists of a crystalline phase and an amorphous one. The quantitative proportion of these two phases is decisive for the mechanical characteristics of the material, and should



na którą składają się: faza krystaliczna i faza amorficzna. Stosunek ilościowy obu tych faz decyduje w dużej mierze o cechach mechanicznych materiału i powinien być wielkością w miarę stałą [2]. Niestety nie jest to łatwe w realizacji, gdyż wiele czynników ubocznych może mieć wpływ na zmianę stopnia krystaliczności polietylenu. Zmiany takie mogą być wynikiem działania czynników fizycznych i chemicznych związanych z samym procesem produkcji polimeru. Niewłaściwe warunki wytwarzania polietylenu mogą spowodować, że już we wstępnej fazie produkcji, w wyniku nieprawidłowej polimeryzacji i krystalizacji, struktura wewnętrzna panewki może ulec niekorzystnej zmianie. Nakładać się na to mogą czynniki związane z dalszą obróbką i końcowym modelowaniem panewek a zwłaszcza przeprowadzana w ostatnim etapie produkcji sterylizacja radiacyjna [7].

O niejednorodności struktury wewnętrznej polietylenu świadczą opublikowane wyniki badań termooanalitycznych próbek polietylenu pochodzących z nowych, nieużywanych dotąd panewek [16,17]. Badania te wykazały znaczne różnice w stopniu krystaliczności poszczególnych próbek, nawet tych pobranych z różnych miejsc tej samej panewki. Również materiał pobrany z panewek używanych, usuniętych z powodu ich obłuzowania lub innych powikłań wymagających wymiany endoprotezy, wykazywał znaczne różnice w stopniu krystaliczności poszczególnych próbek. Co więcej, stopień krystaliczności tych próbek wyraźnie wzrastał po dłuższym okresie implantacji, co może sugerować, że implanowany polietylen zmienia swoją strukturę krystaliczną pod wpływem działania czynników biologicznych [17].

Zmiany struktury wewnętrznej polietylenu doprowadzając do obniżenia jego wytrzymałości mechanicznej mogą się stać przyczyną przedwczesnego, szybko postępującego zużycia panewek endoprotez stawów biodrowych [13,21,22]. Prowadzić to może do wystąpienia bardzo poważnego powikłania alloplastyki stawów, jakim jest aseptyczne obłuzowanie endoprotezy, które niweczy efekt wykonanej operacji i wiąże się z koniecznością reoperacji chorego.

Istnieją trzy różne formy aseptycznego obłuzowania endoprotez związane z nadmiernym i przedwczesnym zużyciem polietylenu:

1. **obłuzowanie wybuchowe** będące wynikiem postępującej szybko zmiany struktury wewnętrznej polietylenu, która może doprowadzić do tak dużego osłabienia materiału, że staje się on bardzo podatny na uszkodzenia. Może wtedy łatwo dojść, nawet pod wpływem niewielkiego urazu, do złamania panewki polietylenowej a nawet jej rozkawałkowania, co jest bardzo poważnym powikłaniem wymagającym szybkiej interwencji operacyjnej i wymiany uszkodzonej endoprotezy [5,15,24,26,29,30,31]. Sytuacje takie, na szczęście rzadkie, należy wiązać raczej z wadą materiałową powstałą jeszcze przed implantacją protezy, w procesie produkcji i podczas sterylizacji elementów polietylenowych.

2. **obłuzowanie zmęczeniowe** będące wynikiem stopniowo narastającej zmiany struktury wewnętrznej polietylenu na powierzchni trącej panewki oraz w leżącej bezpośrednio pod nią warstwie podpowierzchniowej. Zmiany te powodują znaczne obniżenie wytrzymałości mechanicznej materiału i zwiększają podatność powierzchni nośnej panewki na ścieranie. Cooper i inni [6] wyróżniają dwa odmienne mechanizmy prowadzące do ścierania powierzchni panewki polietylenowej - jeden nazwany przez nich ścieraniem mikroskopowym - drugi nazwany ścieraniem makroskopowym. Pierwszy jest wynikiem tarcia, jakie zachodzi podczas ruchów sztucznego stawu, powodującego wycieranie i odrywanie się od powierzchni trącej polietylenu drobnych, mikroskopijnych nierówności, które przedostają się do przestrzeni okołostawowej. Drugi mechanizm,

be relatively stable [2]. Changes in the crystalline structure of polyethylene may be due to some physical and chemical factors associated with the production of polymer which is a complex and multistage process. Improper conditions of the polymer manufacturing imply improper polymerisation and crystallisation which may bring about unfavourable changes in the internal structure of the cup even at the initial stage of production. These may be enhanced by factors associated with further processing and modelling of the acetabular cup, and especially with the final production stage being radiation sterilisation [7].

The non-uniform internal structure of polyethylene was clearly indicated in the reported results of thermoanalytical tests on the polyethylene from new, unused acetabular cups [16,17]. These tests showed significant differences in the degree of crystallisation of particular samples, even those taken from different places on the same cup. Similarly, samples taken from the used cups, removed because of loosening or other complications requiring replacement of the prosthesis, show significant differences in the degree of crystallisation. [17]. Moreover, crystallinity of these samples clearly increases after a longer period of implantation, which may suggest that the implanted polyethylene changes its structure under the influence of biological factors.

Changes in the internal structure of polyethylene leading to deterioration of its mechanical strength may become a reason of premature and quickly-progressing wear of acetabular cups in the hip prostheses [13, 21,22]. This in turn may lead to very serious complications in the joint alloplasty, such as aseptic loosening of the prosthesis, which cancels out the effect of operation and makes it necessary to reoperate on the patient.

There are three different forms of aseptic loosening of prostheses, which are caused by structural changes in polyethylene and the associated excessive wear of the material:

1. **explosive loosening** - which is a result of rapidly progressing changes in the internal structure of polyethylene, leading to such weakening of the material that it becomes very prone to damages. At that point, even a slight injury, may cause fracture of the polyethylene cup, or its fragmentation, which is a very serious complication requiring quick surgical intervention and replacement of the damaged prosthesis [5, 15, 24, 26, 29, 30, 31]. Such situations, which are fortunately rather rare, should be accounted for by material defects developed prior to implantation of the prosthesis, i.e. in production or sterilisation of the polyethylene elements.

2. **fatigue loosening**, which is a result of changes, increasing with time, in the internal structure of the friction face of the acetabular cup and in the subjacent layer. These changes cause significant reduction of the mechanical strength of the material, and increase the susceptibility of the bearing surface of the cup to abrasion. Cooper et al. [6] distinguish two different mechanisms leading to abrasion of the polyethylene acetabular cup: the first one referred to as "microscopic abrasion", and the second one - "macroscopic abrasion." The first mechanism is a result of friction that occurs during the movements of the artificial joint. Microscopic irregularities are rubbed away from the working surface of the polyethylene, and accumulate in the periarthrodial space. The second, more destructive mechanism, is a joint effect of friction associated with movement and cyclic loading of the bearing surface of acetabular cup, caused by walking. The interrupted loading of the polyethylene elements causes the appearance of surface ruptures and cracks, which significantly reduce mechanical strength. Under the influence of friction, large fragments of the bearing surfaces may exfoliate and spall be



bardziej destrukcyjny, jest wynikiem kumulacji tarcia związanego z ruchem i cyklicznego obciążenia powierzchni nośnej panewki polietylenowej, do jakiego dochodzi podczas chodu. Działające w sposób przerywany obciążenie polietylenu powoduje powstawanie podpowierzchniowych pęknięć i szczelin stanowiących miejsca o znacznie zmniejszonej wytrzymałości mechanicznej. Pod wpływem tarcia, w miejscach tych może dojść do złuszczenia i oddzielania się dużych fragmentów powierzchni nośnej, co prowadzi do narastającej deformacji wnętrza panewki. Obie te formy ścierania, sumując się, powodują stopniowe pogłębianie i odkształcanie całej panewki, co doprowadza z czasem do pojawienia się objawów inkongruencji obu elementów endoprotezy i stwarza niekorzystne warunki biomechaniczne dla pracy sztucznego stawu. W efekcie może to doprowadzić do obłuzowania całej panewki wskutek nieprawidłowego rozkładu sił i punktowych przeciążeń w miejscu osadzenia protezy, prowadzących do rozerwania połączeń na granicy proteza - kość lub cement-kość.

3. **obluzowanie biologiczne** będące wynikiem szkodliwego działania ścieranych i uwalnianych z powierzchni panewki cząsteczek polietylenu i wywołanych przez nie reakcji tkankowych [9, 11, 19, 23, 27, 33]. Elementy kostne i tkanki miękkie otaczające implantowaną protezę stawu są bogato unaczynione i skłonne do reagowania nasilonymi i przewlekłymi odczynami zapalnymi. Ponadto tkanki te nie są fizjologicznie i strukturalnie dostosowane do kontaktu z ciałami obcymi. Powoduje to, że reakcja zapalna wywołana przez ciągle drażnienie okolicznych tkanek przez fragmenty polietylenu jest zjawiskiem nieuniknionym. Wyeliminowanie tej reakcji jest praktycznie niemożliwe, gdyż nawet materiały takie jak polietylen, uważane za biologicznie obojętne są w szczególnych warunkach otoczenia implantu traktowane jak ciało obce. Tkanka łączna wchodząca w kontakt z nieustannie napływającymi cząsteczkami polietylenu podejmuje czynności zmierzające do ich usunięcia na drodze fagocytozy, strawienia enzymatycznego lub zmniejszenia ich koncentracji na drodze czynnego transportu. Ulega ona przy tym przebudowie, której celem jest specjalizacja do wykonania tych zadań. Wiedza na temat mechanizmów rządzących reakcją zapalną wokół protezy jest bardzo skąpa, stąd możliwości skutecznego zredukowania lokalnego zapalenia, bądź modyfikacji jego typu nie są obecnie dostępne. Obraz histologiczny tkanek okołoprotezowych usuniętych w trakcie reoperacji cechuje znaczna zmienność osobnicza o niejasnych przyczynach [14, 18, 34]. Charakterystyczne są różnice związane z istnieniem osteolizy wokół endoprotezy oraz różnice związane z makroskopowo widocznym uszkodzeniem panewki polietylenowej. Charakterystyczną zmianą w tkankach okołostawowych towarzyszącą uszkodzeniu kości - osteolizie - jest nasilony, limfocytny odczyn zapalny oraz wyraźnie większa ilość fragmentów cementu kostnego. Przypadki, w których w trakcie reoperacji stwierdzono zniszczenie panewki polietylenowej łączyły się z bardziej nasiloną reakcją olbrzymiokomórkową [23]. Z danych z piśmiennictwa wiadomo, że reakcja ta może być wywołana bezpośrednio przez cząstki polietylenu [33] i że sama ma znaczny potencjał niszczący [25], zamykając w ten sposób błędne koło wiodące do uszkodzenia tkanek wokół zaprotezowanego stawu. Drugim zjawiskiem towarzyszącym zawsze uszkodzeniu panewki polietylenowej jest rozlane szkliwienie ziarniny tworzącej się wokół stawu. W zeszkliwiałej tkance łącznej dochodzi do zaburzenia drożności naczyń limfatycznych, a co za tym idzie do upośledzenia drenażu dostających się w jej obręb ciał obcych. Efektywne usuwanie fragmentów polietylenu z płynu stawowego i tkanek przyległych do protezy jest według Willerta [33] istotne dla zachowania stabilności układu proteza - kość. Obserwowane szkliwienie tkanki łącznej może być rozpatrywane jako czyn-

off, which leads to increasing deformation of the interior of the cup. To sum up, both mentioned forms of abrasion lead to gradual deepening and distortion of the entire acetabular cup, followed by visible symptoms of incongruence of the artificial hip elements, i.e. unfavourable biomechanical conditions for the work of the artificial joint. Finally, loosening of the entire cup may occur as a result of incorrect distribution of forces and local overloads, especially in the area of the prosthesis fixture, leading to fractures at the prosthesis-bone or cement-bone interfaces.

3. **biological loosening**, which is a result of tissue reactions evoked by polyethylene material rubbed-off from the surface of the cup [9, 11, 19, 23, 27, 33]. The bone and soft tissue surrounding the implanted joint prosthesis are richly vascularized and susceptible to intense and chronic inflammatory reactions. Moreover, these tissues are not physiologically or structurally adapted to be in contact with foreign bodies. This causes inflammatory reactions, induced by constant irritation of the surrounding tissues by polyethylene fragments. It is virtually impossible to eliminate this reaction, since even such materials as polyethylene, regarded as biologically neutral, are foreign bodies in relation to the surrounding tissues. The connective tissue, coming into contact with the constantly increasing number of polyethylene fragments, tends to remove them, by means of phagocytes, enzymatic digestion, or to reduce their concentration through active transport. For these specific tasks the connective tissue undergoes some transformation. Our current knowledge of the mechanisms governing the inflammatory reactions around the prosthesis is not sufficient, and therefore effective means of reducing local infections or its modifying are not available. Histological picture of the periprosthetic tissue removed in the course of reoperation is characterised by significant individual variability of uncertain aetiology [14, 18, 34]. There are characteristic differences associated with osteolysis around the prosthesis and with macroscopically visible damage to the polyethylene cup. One of the characteristic changes in periarthroidal tissues in the case of bone damage - osteolysis - is an intense lymphocytic inflammatory reaction and a markedly larger quantity of bone cement fragments. Cases where destruction of acetabular cup was stated in the course of reoperation were associated with a more intensified gigantocellular reaction [23]. From the data in the literature it can be inferred that this reaction may be evoked directly by polyethylene [33], and that the reaction itself has significant destructive potential [25], leading to damage of the tissues surrounding the prosthetised joint. The second phenomenon always accompanying damages of the polyethylene acetabular cup is a diffuse hyalinisation of the granulation around the joint. In the hyalinised connective tissue the patency of lymphatic vessels is disturbed, and so is the drainage of foreign bodies that penetrate in the vicinity. Effective removal of the polyethylene fragments from the joint fluid and the tissues adjacent to the prosthesis is essential, according to Willert [33], for the stability of the prosthesis-bone system. The observed hyalinisation may be considered as a factor causing disturbances of equilibrium between the inflow and evacuation of polymer fragments. It is not impossible that this is an essential factor that initiates accumulation of irritating polyethylene fragments in the immediate vicinity of the prosthesis.

To summarise, we can say, that polyethylene used in joint prostheses is a highly imperfect material. Its unstable internal structure, being a reason of excessive wear and tendency to evoke undesirable biological reactions in the immediate vicinity of the implanted prosthesis, are problems that should



nik wiodący do zaburzenia równowagi pomiędzy napływem a ewakuacją cząstek polimeru. Nie wykluczone, że jest ono istotnym zjawiskiem inicjującym gromadzenie drażniących fragmentów polietylenu w bezpośrednim otoczeniu protezy.

Podsumowując można powiedzieć, że polietylen stosowany w endoprotezach stawu biodrowego jest materiałem dalece niedoskonałym. Niestabilność struktury wewnętrznej umożliwiająca nadmiernie szybkie zużycie materiału oraz zdolność wywoływania niekorzystnych reakcji biologicznych wokół wszczepionych endoprotez to zasadnicze wady polietylenu, które powinny zostać wyeliminowane. Miejmy nadzieję, że trwające od lat próby udoskonalenia polietylenu oraz prowadzone poszukiwania trwalszych i bardziej obojętnych biologicznie materiałów przyniosą w końcu efekt i doprowadzą do zastąpienia polietylenu lepszym materiałem implantacyjnym.

## Piśmiennictwo

- [1] Bankston AB, Faris PM, Keating EM, Ritter MA.: Polyethylene wear in total hip arthroplasty in patient-matched groups; a comparison of stainless steel, cobalt chrome, and titanium-bearing surfaces. *J Arthroplasty*, 8, (1993), 315-22.
- [2] Boenig HV.: Structure and properties of polymers. In: Niedenzu K, Zimmer H, eds. Thieme Editions in chemistry and related areas. Stuttgart, etc; Georg Thieme Publishers, 1973, 140-77.
- [3] Charnley J., Cupic Z.: The nine and ten year results of the low-friction arthroplasty of the hip. *Clin Orthop* 1973; 95-25.
- [4] Charnley J., Halley D.K.: Rate of wear in total hip replacement. *Clin Orthop.*, 112, (1975), 170-9.
- [5] Collins D.N., Chetta S.G., Nelson C.L.: Fracture of the acetabular cup; a case report. *J Bone Joint Surg [Am]*, 64-A, (1982), 939-40.
- [6] Cooper J.R., Dowson D., Fisher J.: Macroscopic and microscopic wear mechanism in ultra-high molecular weight polyethylene. *Wear*, (1993), 162-164: 378-384.
- [7] Eyerer P.: Werkstoffliche untersuchungen an explantierten hauptflächen aus ultrahochmolekularem Polyethylen (UHMW PE). *Biomed. Technik*, 28, (1983), 297-309.
- [8] Hay J.N.: Applications of thermal analysis of polymers. In: Charsley EL, Warrington SB, eds. *Thermal analysis - techniques and applications*. The Royal Society of Chemistry, Cambridge; 1992; 172-4.
- [9] Howie D.W., Haynes D.R., Rogers S.D., McGee M.A., Pearsy M.J.: The response to particulate debris. *Orthopedic Clinics of North America*, 24, 4, (1993), 571-581.
- [10] Isaac G.H., Atkinson J.R., Dowson D., Wroblewski B.M.: The role of acrylic cement in determining the penetration rate of the femoral heads in the polyethylene sockets of Charnley hip prostheses. In: Willert H-G, Buchhorn GH, Eyerer P, eds. *Ultra-high molecular weight polyethylene as biomaterial in orthopedic surgery*. Toronto, etc: Hogrefe & Huber, 1990: 128-36.
- [11] Jasty M., Smith E.: Wear particles of total joint replacement and their role in periprosthetic osteolysis. *Current opinion in rheumatology*, 4, (1992), 204-209.
- [12] Marciniak J.: *Biomateriały w chirurgii kostnej*. Wydawnictwo Politechniki Śląskiej, Gliwice 1992; 303-9.
- [13] McKellop H., Clarke I.C., Markolf K.I., Amstutz H.C.: Wear characteristic of UHMW Polyethylene: a method for accurately measuring extremely low wear rates. *J Biomed. Mater. Res.*, 12, (1978), 895-927.
- [14] Mirra J.M., Amstutz H.C., Matos M., Gold R.: The pathology of the tissues and its clinical relevance in prosthesis failure. *Clin Orthop.*, 117, (1976), 221-5.
- [15] Otfinowski J., Dutka J.: Złamanie panewki polietylenowej jako wczesne powikłanie całkowitej alloplastyki stawu biodrowego. *Chir. Narz. Ruchu i Ortop. Pol.*, 56, (1991), 150-4.
- [16] Otfinowski J., Dutka J., Pawelec A.: Zmiana krystaliczności polietylenu w uszkodzonych panewkach endoprotez stawu biodrowego typu Wellera. *Chir. Narz. Ruchu i Ortop. Pol.*, 57, (1992), 111-4.

eliminated. Perhaps the investigations going on for years to improve the properties of polyethylene and to develop more stable more biologically neutral materials will finally allow to replace the currently used implant materials with better ones.

## References

- [17] Otfinowski J., Pawelec A.: Changing crystallinity of polyethylene in the acetabular cups of Weller hip prosthesis. *J. Bone Joint Surg.*, 77-B, (1995), 802-805
- [18] Pezzaglia U.E., Dell, Orbo C., Wilkinson M.J.: The foreign body reaction in total hip arthroplasties; a correlated light microscopy, SEM and TEM study. *Arch. Orthop. Trauma Surg.*, 106, (1987), 209-19.
- [19] Revell P.A., Weightman B., Freeman M.A., Roberts B.V.: The production and biology of polyethylene wear debris. *Arch. Orthop. Trauma Surg.*, 91, (1978), 167-81.
- [20] Roe R.J., Grood E.S., Shastri R., Gosselin C.A., Noyes F.R.: Effect of radiation sterilization and aging on ultrahigh molecular weight polyethylene. *J. Biomed. Mater. Res.*, 15, (1981), 209-30.
- [21] Rose R.M., Crugnola A., Ries M., et al.: On the origins of high in vivo wear rates in polyethylene components of total joint prostheses. *Clin Orthop.*, 145, (1979), 277-86.
- [22] Rose R.M., Nusbaum H.J., Schneider H., et al.: On the true wear rate of ultra high-molecular-weight polyethylene in the prosthesis. *J. Bone Joint Surg. [Am]*, 62-A, (1980), 537-49.
- [23] Rudzki Z., Otfinowski J., Stachura J.: The histological appearance of the periprosthetic capsule in failed total hip arthroplasty differs depending on the presence of polyethylene acetabulum destruction, iliac bone damage and presence of infection. *Pol. J. Patholog.*, 47, 1, (1996), 19-25.
- [24] Salvati E.A., Wright T.M., Burstein A.H., Jacobs B.: Fracture of polyethylene cups: report of two cases. *J. Bone Joint Surg. [AM]*, 61-A, (1979), 1239-42.
- [25] Santavirta S., Kottinen Y.T., Bergroth V., Escola A., Tallroth K., Lindholm S.: Aggressive granulomatous lesion associated with hip arthroplasty. *J. Bone Joint Surg.*, 72-A, (1990), 252-7.
- [26] Scherrer U.: Fracture of the acetabulum in old Charnley prostheses. *Z Orthop.*, 114, (1976), 949-60.
- [27] Schmalzried T.P., Jasty M., Harris W.H.: Periprosthetic bone loss in total hip arthroplasty. *J. Bone joint Surg.*, 74-A, (1992), 849-63.
- [28] Schmalzried T.P., Kwong L.M., Jasty M., et al.: The mechanism of loosening of cemented acetabular components in total hip arthroplasty: analysis of specimens retrieved at autopsy. *Clin. Orthop.*, 274, (1992), 60-78.
- [29] Stuck K.J., Falahee M.H., Brandon C.J.: Fracture of the polyethylene acetabular cup in total hip arthroplasties. *Can. Assoc. Radiol. J.*, 39, (1988), 65-7.
- [30] Thirupathi R.G., Husted C.: Failure of polyethylene acetabular cups; two case reports. *Clin. Orthop.*, 179, (1983), 209-13.
- [31] Weightman B., Isherwood D.P., Swanson S.A.V.: The fracture of ultrahigh molecular weight polyethylene in human body. *J. Biomed. Mater. Res.*, 13, (1979), 669-72.
- [32] Weightman B., Swanson S.A.V., Isaac G.H., Wroblewski B.M.: Polyethylene wear from retrieved acetabular cups. *J. Bone Joint Surg. [Br]*, 73-B, (1991), 806-10.
- [33] Willert H.G., Semlitsch M.: Reaction of the articular capsule to wear products of artificial joint prostheses. *J. Biomed. Mater. Res.* 11, (1997), 157-164.
- [34] Williams R.P., McQueen Da.: A histopathologic study of late aseptic loosening of cemented total hip prosthesis. *Clin. Orthop.* 275, (1992), 174-9.



# PRZYDATNOŚĆ KOMPOZYTU WĘGIEL- ŻYWICA EPOKSYDOWA JAKO MATERIAŁU DO ZESPOLEŃ KOŚCI - PRACA DOŚWIADCZALNA

GRZEGORZ BAJOR\*, ZBIGNIEW PASZENDA\*\*

\*KATEDRA I ODDZIAŁ KLINICZNY CHIRURGII DZIECIĘCEJ ŚLĄSKIEJ  
AKADEMII MEDYCZNEJ W BYTOMIU

\*\*INSTYTUT MATERIAŁÓW INŻYNIERSKICH I BIOMEDYCZNYCH  
POLITECHNIKI ŚLĄSKIEJ W GLIWICACH

## Streszczenie

Badania przeprowadzono na ośmiu królikach, którym wszczepiono do światła kanału szpikowego grot z kompozytu węgiel-żywica epoksydowa pokryty hydroksyapatytem /C-ep-Hap/. Przeprowadzono badania strefy rozdziału pomiędzy implantem C-ep-Hap, a tkanką kostną oraz powierzchni bocznej implantu. Obserwacje przeprowadzono w elektronowym mikroskopie skaningowym DSM-940 firmy OPTON. Dla potrzeb badań przygotowano przekroje poprzeczne implantu łącznie z tkanką kostną. W przedstawianym materiale obserwowano bardzo wolno postępującą degradację kompozytu od obwodu implantu. Dopiero w końcowej fa-zie doświadczenia widać masywne przyleganie nowej tkanki kostnej do wolnych fragmentów kompozytu. Natomiast na przekroju poprzecznym implant sprawiał wrażenie nienaruszonego. Tak powolny proces biodegradacji kompozytu zapewnia samej uszkodzonej kości silniejszą i dłuższą stabilizację. Na podstawie przeprowadzonych obserwacji uzyskano zachęcające wyniki stwarzające większe kliniczne możliwości stosowania kompozytu C-ep-Hap niż kompozytu węgiel-węgiel.

**Słowo kluczowe:** biomateriały, polimery termoutwardzalne, kompozyt węgiel-żywica epoksydowa, hydroksyapatyt, badania doświadczalne, materiały węglowe, elektronowy mikroskop skaningowy

## Wprowadzenie

Dynamiczny rozwój badań doświadczalnych i klinicznych w ortopedii i traumatologii dorosłych nad możliwościami stosowania nowych biomateriałów tworzy nowe możliwości także dla chirurgii dziecięcej [2,4,6,9]. Pozytywne wyniki doświadczalne dotyczące implantów węglowych zachęcają do stosowania podobnych kompozytów ale o poprawionych własnościach mechanicznych [1,3,8,9].

W oparciu o wcześniej prowadzone badania doświadczalne na kompozytach węgiel-węgiel prócz szeregu ich zalet stwierdzono, że mają także wady w postaci dużej kruchości, łamliwości i tendencji do przedwczesnej fragmentacji [1,5,8]. Problem ten nie występuje, jeżeli włókna węglowe wprowadzone są do odpowiedniej osnowy stanowiącej element zbrojący dla struktur organicznych, two-

# APPLICABILITY OF A CARBON-EPOXY RESIN COMPOSITE AS A MATERIAL FOR OSTEOSYNTHESIS - EXPERIMENTAL APPROACH

GRZEGORZ BAJOR\*, ZBIGNIEW PASZENDA\*\*

\*DEPARTMENT OF PAEDIATRIC SURGERY IN BYTOM, SILESIA MEDICAL  
ACADEMY IN KATOWICE

\*\*INSTITUTE OF ENGINEERING AND BIOMEDICAL MATERIALS, SILESIA  
UNIVERSITY OF TECHNOLOGY IN GLIWICE

## Abstract

Investigations were carried out using eight rabbits, which were inserted, into the marrow cavity, a pin made of hydroxyapatite-coated carbon-epoxy resin composite (C-ep-Hap). Examined was the C-ep-Hap implant and bone tissue interphase, as well as the lateral implant surface. Observations of the transverse sections of the implant along with the bone tissue under the OPTON DSM-940 scanning electron microscope indicated very slow degradation of the composite from the implant circumference. In the final stage of the experiment, only massive adhesion of the new bone tissue to the free composite fragments was visible. However, the implant seemed intact on its transverse section. The slow biodegradation of the composite ensures the damaged bone a stronger and longer stabilisation. The obtained results are encouraging and indicate better possibilities for clinical use of the C-ep-Hap composites in comparison with the carbon-carbon ones.

**Keywords:** biomaterials, thermosetting polymers, carbon-epoxy resin composite, hydroxyapatite, experimental research, carbon materials, scanning electron microscope.

## Introduction

Dynamic development of experimental and clinical research in the area of application of new biomaterials in orthopaedics and traumatology of adults gives also new prospects for the paediatric surgery [2,4,6,9]. The positive experimental results pertaining to the carbon composites encourage employment of similar composites, but with improved mechanical properties [1,3,8,9].

Basing on the results of previous research on the carbon-carbon composites, it has been stated that - apart from many advantages - they have also some deficiencies, such as significant brittleness, fragility, and tendency to premature fragmentation [1,5,8]. This problem does not occur when the carbon fibres are placed in a matrix, playing a role of reinforcement for the organic structure, i.e. in the case when homogenous composite material is formed [3]. Owing to the development of carbon fibre - polymer composites, suitable flexibility was obtained with



rząc lity materiał kompozytowy [3]. Wskutek wytworzenia kompozytu włókno węglowe-polimer uzyskano odpowiednią elastyczność i nadal dobrą tolerancję przez organizm żywy. Kompozyt ten nie ulega korozji takiej jak materiały metaliczne. Ponadto jest on lekki i przezroczysty dla promieniowania rentgenowskiego. Dodatkową poprawę własności tego kompozytu uzyskano poprzez pokrycie go materiałem bioaktywnym w postaci hydroksyapatytu [10,12]. Dla tych celów jako polimeru tworzącego osnowę użyto żywicy epoksydowej należącej do grupy materiałów termoutwardzalnych.

## Cel pracy

1. Ocena przydatności kompozytu węgiel-żywica epoksydowa pokrytych hydroksyapatytem dla celów medycznych.
2. Określenie wpływu hydroksyapatytu naniesionego na powierzchnię implantów na aktywność biologiczną ich powierzchni.

## Materiał i metody

Przeprowadzono badania kompozytu węgiel-żywica epoksydowa pokrytego hydroksyapatytem, który wprowadzono do światła kanału szpikowego królików w okresie wzrostu kostnego. Do eksperymentu użyto osiem królików o masie ciała nie przekraczającej 2500 g. Miejsce eksperymentu oraz szczegółowe warunki przebywania zwierząt po zabiegach operacyjnych zostały określone w poprzednich publikacjach. Czas obserwacji zwierząt doświadczalnych obejmował okresy 4, 14, 18, 20, 22 tygodni.

Po założonym okresie implantacji badane próbki poddano obserwacji w elektronowym mikroskopie skaningowym. Szczególną uwagę zwrócono na strefy rozdziału implantu C-ep-Hap, a tkanką kostną oraz na powierzchnię boczną implantu. Obserwacje prowadzono w elektronowym mikroskopie skaningowym DSM-900 firmy OPTON w zakresie powiększeń 10 - 3000 x. Dla potrzeb realizacji tego eksperymentu przygotowano przekroje poprzeczne implantów łącznie z tkanką kostną. Poszczególne próbki do badań cięto, płukano a następnie suszono strumieniem ciepłego powietrza.

## Omówienie materiału

Dokonane obserwacje w elektronowym mikroskopie skaningowym na próbkach zwierząt doświadczalnych po 4 tygodniowym okresie implantacji wykazały bardzo dyskretnie zmiany w strukturze. Jednolita powierzchnia przekroju implantu wypełniała jeszcze całą jamę szpikową. Pomimo procesu osuszania nie doszło do pęknięcia materiału implantowanego, co świadczyłoby o jego nienaruszonej strukturze wewnętrznej (RYS.1). Jednak obserwacje przy większym powiększeniu ujawniły na powierzchni implantu rozluźnienie struktury przy zachowanej niezmięnionej strukturze centralnej. Obserwuje się liczne, linijnie biegnące włókna ściśle przylegające do wewnętrznej powierzchni kości. Sprawiają wrażenie jakby były odrywane od powierzchni implantu (RYS.2). Ponadto zaobserwowano wnikanie świeżej tkanki kostnej, która pokrywa skupiska włókien węglowych. Wolne włókna wystające ze struktury kompozytu utraciły już osnowę i ulegają fragmentacji (RYS.3).

Obserwacje próbek reprezentujących 14 i 18 tydzień po implantacji materiału wykazują zbliżony ich obraz. Zarysowują się liczne szczeliny pęknięć biegnące w kierunku centralnym, a z powierzchni zostały oderwane fragmenty implantu. Świadczy to o postępującym procesie biodegradacji i trwałym połączeniu ze strukturami kości zwierzęcia (RYS.4). Badania strefy rozdziału implant - tkanka kostna

acceptable tolerance by a living organism. Unlike metallic materials, this composite is not prone to corrosion. Moreover, it is lightweight and transparent to X-rays. An additional improvement of the composite characteristics was obtained by coating it with hydroxyapatite - a bioactive material [10,12]. Thermosetting epoxy resin was used as a polymer constituting the matrix.

The aims of the project were the following:

1. Assessment of the applicability of the carbon-epoxy resin composite, coated with hydroxyapatite, for medical purposes.
2. Determination of the effect of hydroxyapatite, deposited on the surface of implants, on the biological activity of their surface.

## Materials and methods

The hydroxyapatite-coated carbon-epoxy resin composite was introduced into the marrow cavity of rabbits in their bone growth period. Eight rabbits were used for the experiment with the body weight not exceeding 2500 g. The examination site and the detailed conditions in which the animals stayed after their operations were described in previous papers. Observation periods of the test animals were 4, 14, 18, 20, and 22 weeks.

The investigated samples were examined under the scanning electron microscope after the planned implantation periods. Particular attention was paid to the C-ep-Hap implant and bone tissue contact zones, and to the implant lateral surface. Examinations were carried out using the OPTON DSM-900 scanning electron microscope in the magnification range 10-3000 x. Cross-sections of the implants along with the bone tissue were prepared for the examination. Samples were cut, rinsed and dried in a warm air stream.

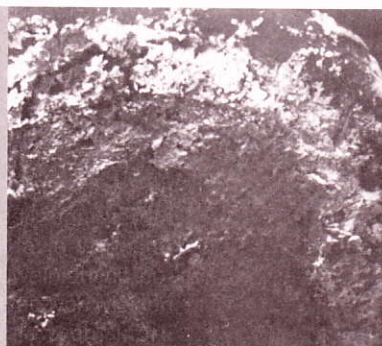
## Results

SEM examination of samples of the test animals after a 4-weeks-long implantation period revealed very subtle structural changes. The uniform implant cross-section surface still filled the entire marrow cavity. The implanted material did not crack in spite of drying process, which proved its internal integrity (FIG.1). However, observations made at a higher magnification revealed some slackening of the implant surface structure with yet unchanged bulk structure. Multiple linear fibres were observed, adhering closely to the inner surface of the bone. They gave the impression of having been torn off the implant surface (FIG.2). Moreover, penetration of a new bone tissue was observed, coating the carbon-fibre clusters. Some loose fibres protruding from the composite structure underwent fragmentation (FIG.3).

Examinations of samples 14 and 18 weeks after the implantation revealed a similar picture. Multiple cracks propagating inwards were visible, and the implant fragments were torn away from the surface. This indicated progress of biodegradation and stable connection with the animal bone structures (FIG.4). Examinations of the implant - bone tissue separation zone revealed damages of the implant lateral surface, loose carbon fibre fragments covered with a new bone tissue, and fibre fragments grown into the inner surface of the marrow cavity (FIG.5).

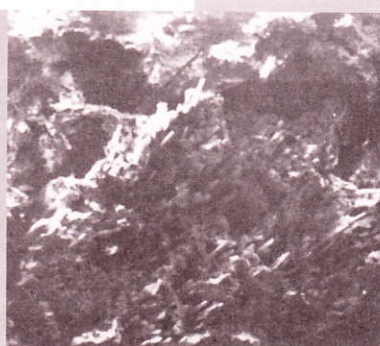
Examinations of samples after 20 and 22 weeks of the experiment, revealed similar SEM images. Degradation in the form of loose carbon fibres detached from the implant surface was observed. Filling of the free space with a new bone tissue was clearly visible at the phase boundary,





**RYS.1.** Kompozyt węgiel-żywica epoksydowa z naniesionym elektroforetycznie hydroksyapatytem, 4 tydzień po implantacji, 20x.

**FIG.1.** Carbon-epoxy resin composite electrophoretically coated with hydroxyapatite, 4 weeks after implantation, 20x.



**RYS.2.** Kompozyt węgiel-żywica epoksydowa z naniesionym elektroforetycznie hydroksyapatytem, 4 tydzień po implantacji, 100x.

**FIG. 2.** Carbon-epoxy resin composite electrophoretically coated with hydroxyapatite, 4 weeks after implantation, 100x.



**RYS.3.** Kompozyt węgiel-żywica epoksydowa z naniesionym elektroforetycznie hydroksyapatytem, 4 tydzień po implantacji, 200x.

**FIG.3.** Carbon-epoxy resin composite electrophoretically coated with hydroxyapatite, 4 weeks after implantation, 200x.

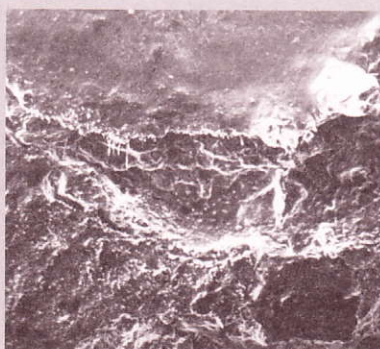
wykazały naruszenie powierzchni bocznej materiału, obecność wolnych fragmentów włókien węglowych oklejonych świeżą tkanką kostną oraz wrosniętych fragmentów włókien w wewnętrzną powierzchnię kanału szpikowego (RYS.5).

Obserwacja próbek reprezentujących 20 i 22 tydzień doświadczenia wykazuje podobne obrazy w mikroskopie skaningowym. Na powierzchni implantu spostrzega się degradację w postaci uwalnianych pojedynczych włókien węglowych, które odstają od samego implantu. Na granicy faz wyraźnie widać wypełnienie wolnej przestrzeni świeżą tkanką świadczącą za stymulującym oddziaływaniem tak kompozytu, jak i hydroksyapatytu (RYS.6). Znaczna część implantu uległa już degradacji i wypełnieniu świeżą tkanką kostną, o czym świadczą wyraźnie



**RYS.4.** Kompozyt węgiel-żywica epoksydowa z naniesionym elektroforetycznie hydroksyapatytem, 14 tydzień po implantacji, 50x.

**FIG.4.** Carbon-epoxy resin composite electrophoretically coated with hydroxyapatite, 14 weeks after implantation, 50x.



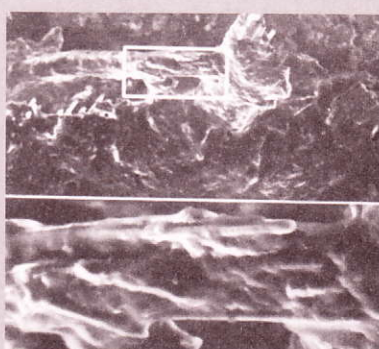
**RYS.6.** Kompozyt węgiel-żywica epoksydowa z naniesionym elektroforetycznie hydroksyapatytem, 22 tydzień po implantacji, 20x.

**FIG.6.** Carbon-epoxy resin composite electrophoretically coated with hydroxyapatite, 22 weeks after implantation, 20x.



**RYS.5.** Kompozyt węgiel-żywica epoksydowa z naniesionym elektroforetycznie hydroksyapatytem, 14 tydzień po implantacji, 200x.

**FIG.5.** Carbon-epoxy resin composite electrophoretically coated with hydroxyapatite, 14 weeks after implantation, 200x.



**RYS.7.** Kompozyt węgiel-żywica epoksydowa z naniesionym elektroforetycznie hydroksyapatytem, 22 tydzień po implantacji, 100x.

**FIG.7.** Carbon-epoxy resin composite electrophoretically coated with hydroxyapatite, 22 weeks after implantation, 100x.

testifying to the stimulating effect of both the composite and hydroxyapatite (FIG.6). A significant portion of the implant was already degraded and filled with a new bone tissue, boundaries between the compact bone and outer part of the implant undergoing restructuring and calcification as well as still intact inner part of the composite were clearly discernible. Rapid development of the new bone tissue was observed at high magnification around the remaining single carbon fibres (FIG.7). The space between the fibres was tightly filled with the new bone tissue, which constituted a stable connection between the fibres. It was difficult to find the outlines of single carbon fibres in the area of massively progressing bone tissue regeneration.



rysujące się dwie granice; pomiędzy kością zbitą, a podlegającą przebudowie i uwapnieniu częścią obwodową implantu oraz jeszcze nienaruszoną centralnie strukturą kompozytu. Przy znacznym powiększeniu obrazu zauważa się burzliwy rozrost świeżej tkanki kostnej wokół zachowanych pojedynczych włókien węglowych (RYS.7). Przestrzenie pomiędzy włóknami są ściśle wypełnione świeżą tkanką kostną, która trwale zespala poszczególne włókna. W obrębie zachodzących maszynowo procesów odnowy tkanki kostnej zaledwie udaje się określić zarysy pojedynczych włókien węglowych.

## Dyskusja

Dotychczas proponowane materiały węglowe charakteryzowały się pozytywnymi cechami polegającymi na możliwości ich biodegradacji [1,2,7,9]. Niestety, znaczna kruchość tych materiałów zapoczątkowała poszukiwania i próby doświadczalne zmierzające w kierunku opracowania kompozytu o wyższych walorach wytrzymałościowych przy jednoczesnym zachowaniu właściwości samego kompozytu węgiel-węgiel [3,6,7,9,11]. Takie wymogi wydaje się spełniać kompozyt węgiel-żywica epoksydowa.

Badania w elektronowym mikroskopie skaningowym są świadectwem powolnych procesów biodegradacji postępującym od obwodu implantowanego materiału. Zapewnia to większą stabilizację odłamów kostnych, przy jednoczesnej odbudowie świeżej kości opartej na włóknach węglowych. Obserwowano powolny proces pęknięcia struktury materiału podążający w głąb implantu. W stosowanych kompozytach węgiel-węgiel te zjawiska zachodziły już we wczesnych okresach doświadczenia. Obserwuje się bardzo ściśle połączenie uwolnionych włókien kompozytu z kością zbitą zwierzęcia. Mimo pojawiania się świeżej tkanki kostnej pomiędzy włóknami nadal zachowują one wyraźne granice i kształty. Przez długi okres obserwacji nie spostrzega się fragmentacji włókien, typowej dla kompozytu węgiel-węgiel. Gwałtowne osuszanie preparatów nie powoduje ich obkurczania. Świadczy to o ścisłym połączeniu obwodowych warstw implantu z kością, jak również długo nienaruszanej struktury wewnątrz implantu. W końcowej fazie doświadczenia obserwuje się trwałe połączenie implantu z kością zwierzęcia, na którą niewątpliwie wpływa obecność hydroksyapatytu.

Przeprowadzone obserwacje w elektronowym mikroskopie skaningowym wykazały, że kompozyt węgiel-żywica epoksydowa może być przydatny w traumatologii dziecięcej. Zastosowanie tego rodzaju materiału kompozytowego łączy w sobie cechy wytrzymałościowe materiału z wymaganiami biomechanicznymi rekonstruowanego narządu. Jednocześnie materiał ten zachowuje określoną aktywność biologiczną implantu, wspomaganą poprzez obecność na powierzchni hydroksyapatytu, stymulującą proces tworzenia tkanki kostnej [10,11].

## Wnioski

1. Wyniki badań kompozytu węgiel-żywica epoksydowa z warstwą hydroksyapatytu w elektronowym mikroskopie skaningowym wskazują na możliwość jego zastosowania w traumatologii dziecięcej.
2. Naniesienie warstwy hydroksyapatytu na powierzchni implantów wytworzonych z badanego kompozytu wpływa stymulująco na proces tworzenia nowej tkanki kostnej.

## Discussion

Carbon materials proposed to date had the advantage of being biodegradable [1,2,7,9]. Unfortunately, their significant brittleness was a drawback that required further research aimed at the development of composite materials with better mechanical properties, yet maintaining the properties of the carbon-carbon composite [3,6,7,9,11]. It seems that the carbon-epoxy resin composite meets these requirements.

SEM examinations indicate low rate of biodegradation proceeding from the perimeter of the implanted material. This ensures better stability of the fractured bone fragments, with simultaneous regeneration of a new bone on a carbon-fibre support. The observed crack formation and propagation into the implant was slow. Similar phenomena occurred already at the early stages of experiments with the carbon-carbon composites. Very tight connection is formed between the released composite fibres and the compact bone of an animal. In spite of the new bone tissue development between the fibres, their boundaries and shapes are distinctly discernible. No fragmentation of fibres, typical of the carbon-carbon composites, is noticed after long observation times. Rapid drying of the specimens does not cause shrinking, which indicates tight connection of the outer layers of the implant with the bone as well as preserved intact inner structure of the implant. At the final stage of the experiment, permanent union of the implant with the animal bone is observed, which is undoubtedly affected by the presence of hydroxyapatite.

SEM examinations demonstrated that the carbon-epoxy resin composite might be useful in the paediatric traumatology. Composite materials of this type have good mechanical properties and satisfy the biomechanical requirements of the reconstructed organ. Simultaneously, they exhibit relevant biological activity due to the presence of surface layer of hydroxyapatite, stimulating bone-tissue formation [10,12].

## Conclusions

1. Results of SEM examinations of the carbon-epoxy resin composite with hydroxyapatite coating indicate a possibility of its application in the paediatric traumatology.
2. Deposition of the hydroxyapatite coating on the surface of implants made of the investigated composite stimulates the process of new bone-tissue formation.

## Piśmiennictwo

## References

- [1] Bajor G., Paszenda Z., Bohosiewicz J., Marciniak J.: Badania kompozytu węglowego w mikroskopie skaningowym po wszczepieniu do tkanki kostnej zwierząt. Inżynieria Biomateriałów, 7-8 (1999), 37-43.
- [2] Górecki A., Kuś W., Błażewicz S., Chłopek J., Powroźnik A.: Możliwości zastosowania materiałów węglowych w chirurgii narządu ruchu. Chir. Narz. Ruchu, 55, 2, (1990), 131-138.
- [3] Chłopek J., Błażewicz S., Pamula M., Wajler C., Staszko E.: Carbon and polymer composites in bone surgery. Materiały konferencyjne Euromat'99, 27-30.09.99, München, Niemcy.
- [4] Baczuk K., Bielecki K.: Zastosowania polskich materiałów węglowych w medycynie. Post. Nauk. Med., 8, 1, (1995), 45-47.
- [5] Pogorzelska-Stronczak B., Cieślak T.: Zastosowania włóknistych materiałów węglowych w medycynie. Czas. Stomat., 49, 5, (1996), 340-344.
- [6] Evans S.L., Gregson P.J.: Composite technology in load-bearing orthopedic implants, Biomaterials, 19 (1998), 1329-1342.



[7] Chłopek J.: Kompozyty węgiel-węgiel. Otrzymywanie i zastosowanie w medycynie. Polski Biuletyn Ceramiczny, Ceramika, 52, Kraków 1997.

[8] Bajor G., Błażewicz M., Bohosiewicz J., Chłopek J., Stoch A.: Badania powierzchni kompozytów węglowych pokrytych hydroksyapatytem po implantacji. Inżynieria Biomateriałów, 3, (1998), 21-27.

[9] Chłopek J.: New materials orthopedic screws, Acta Montana (in print).

[10] Shiota T.: Healing around hydroxylapatite coated istal- led with revascularized bone graft. Proc. of Congr. of JAOP, Hamburg 1992.

[11] Chłopek J., Stoch A., Degórska B., Kmiecinski W.: Composite stems for dog's hip-joint endoprotheses, International Conference of Biomaterials Cracow '99, 30.05-02.06.99. Inżynieria Biomateriałów (in print).

[12] Ślósarczyk A., Stobierska E., Paszkiewicz Z.: Hydrok- syapatyt jako materiał implantacyjny. Ceramika, 46, 8, (1994), 155-158.

## POŁĄCZENIE DWÓCH METOD TESTOWANIA BIOMATERIAŁÓW IN VITRO

D. KUDELSKA-MAZUR\*, M. LEWANDOWSKA-SZUMIEŁ\*, J. KOMEN-  
DER\*, G. BENKE\*\*

\*ZAKŁAD TRANSPLANTOLOGII I CENTRALNY BANK TKANEK, INSTYTUT  
BIOSTRUKTURY, AKADEMIA MEDYCZNA W WARSZAWIE.

\*\*KATEDRA I KLINIKA ORTOPEDYCZNA  
AKADEMII MEDYCZNEJ W WARSZAWIE.

### Streszczenie

*W pracy przedstawiono połączenie dwóch metod testowania biomateriałów w układzie in vitro. W do- świadczeniu wykorzystano osteoblasty i fibrobla- sty ludzkie otrzymane z hodowli pierwotnych. Ko- mórki wysiano na powierzchnię próbek materiałów: hydroksyapatytu, tlenku glinu i stali chirurgicznej. Zbadano żywotność, liczbę i rozplaszczanie komó- rek. Żywotność oznaczono w teście XTT (ELISA). Komórki poddano znakowaniu barwnikiem fluore- scencyjnym Hoechst oraz barwieniu z użyciem prze- ciwciał anti-a-tubulinie metodą pośrednią. Następ- nie próbki obserwowano w mikroskopie fluorescen- cyjnym. Liczbę i rozplaszczanie komórek zmierz- no za pomocą programu do analizy obrazu Image- ProPlus. Wyniki testów żywotności porównano z wy- nikami pomiarów rozplaszczania i liczby komórek. Zauważono korelację pomiędzy rozplaszczaniem i żywotnością osteoblastów i fibroblastów hodowanych na hydroksyapatycie, tlenku glinu i stali chirurgicz- nej.*

**Słowa kluczowe:** testowanie biomateriałów, oste- oblasty ludzkie, fibroblasty ludzkie, metody in vitro, rozplaszczanie komórek, analiza obrazu.

### Wstęp

Zastosowanie metod in vitro do testowania biozgodno- ści materiałów wszczepialnych umożliwia precyzyjne zba- danie reakcji tkanek w kontakcie z implantem [1,2,3]. Warun- ki doświadczalne bardziej zbliżone do sytuacji klinicznej moż- na osiągnąć wykorzystując w badaniach hodowle pierwotne komórek ludzkich [4,5]. Za pomocą metod in vitro można między innymi przeprowadzać testy toksyczności, badania przylegania, żywotności, czynności wydzielniczych i innych

## COMBINATION OF TWO METHODS FOR BIOMATERIAL TESTING IN VITRO

D. KUDELSKA-MAZUR\*, M. LEWANDOWSKA-SZUMIEŁ\*,  
J. KOMENDER\*, G. BENKE\*\*

\*DEPARTMENT OF TRANSPLANTOLOGY AND CENTRAL TISSUE BANK,  
INSTITUTE OF BIOSTRUCTURE, THE MEDICAL UNIVERSITY OF WARSAW.

\*\*DEPARTMENT OF ORTHOPAEDICS,  
THE MEDICAL UNIVERSITY OF WARSAW.

### Abstract

*We present a combination of two methods of biomaterial testing in vitro. Primary culture human osteoblasts and fibroblasts seeded on the samples of hydroxyapatite, alumina and surgical steel were used in the experiments. Cell viability, number and spreading were investigated. Viability was estimated in XTT test (ELISA). Anti-a-tubulin antibodies were used for indirect immunofluorescent labelling of cells and Hoechst fluorescent dye for staining of nuclei. Subsequently the samples were observed in a fluorescence microscope. Cell number and spreading were measured by means of ImageProPlus software. The results of viability test were compared with calculations of cell number and spreading. It was observed that correlation existed between spreading and viability of osteoblasts and fibroblasts cultured on hydroxyapatite, alumina and surgical steel.*

**Keywords:** biomaterial testing, human osteoblasts, human fibroblasts, in vitro methods, cell spreading, image analysis.

### Introduction

In vitro methods in biocompatibility investigation of implantable materials enable more precise evaluation of tissue reaction in contact with the implant [1,2,3]. Application of human primary cell cultures makes the experimental conditions closer to clinical situations [4,5]. In vitro investigations include toxicity testing, testing of cell viability, adherence and other functions [6,7,8]. Especially cell adherence and spreading seem to influence the regeneration of tissues in contact with implants [9,10,11].

The purpose of this study was to establish an effective quantitative method to assess cell adherence and



funkcji komórek [6,7,8]. Wydaje się, że szczególnie przyleganie i rozplaszczanie komórek ma wpływ na regenerację tkanek w kontakcie ze wszczepem [9,10,11].

Celem pracy było znalezienie efektywnej, ilościowej metody do oceny przylegania i rozplaszczania komórek na powierzchni wybranych biomateriałów. W badaniach określono żywotność, liczbę, pole powierzchni i rozplaszczanie komórek przylegających do powierzchni materiałów implantacyjnych. Następnie porównano wyniki poszczególnych pomiarów i sprawdzono czy istnieje korelacja pomiędzy żywotnością komórek a ich liczbą i rozplaszczaniem. W doświadczeniach wykorzystano materiały, które znalazły już zastosowanie w klinice.

## Materiały i metody

Badania wykonano na osteoblastach i fibroblastach ludzkich pochodzących z hodowli pierwotnych. Komórki wyizolowano z materiału amputowanego podczas operacji ortopedycznych. Osteoblasty izolowano z wykorzystaniem metody opisanej przez Gallager i wsp. [12]. Fibroblasty otrzymano z fragmentów torebki stawowej metodą trawienia w kolagenazie. Zarówno fibroblasty, jak i osteoblasty hodowano w Dulbecco's Modified Eagle's Medium (DMEM) z dodatkiem surowicy bydlęcej (10%FBS), L-glutaminy, penicyliny, streptomycyny i amfoterycyny B.

W doświadczeniach użyto następujące materiały: gęste spiekane bioceramiki (hydroksyapatyt i tlenek glinu) oraz stal chirurgiczną. Próbkę materiałów o średnicy 6mm wypolerowano i umieszczono na dnie studzienek w płytce 96-studzienkowej przeznaczonej do hodowli komórkowych. Materiały poddano preinkubacji w pożywce hodowlanej przez 24h.

Próbki podzielono na dwie grupy. Na pierwszą grupę próbek wysiano osteoblasty (15000 komórek/studzienkę), na drugą fibroblasty (10000 komórek/studzienkę). W studzienkach kontrolnych komórki wysiano bezpośrednio na powierzchnię naczynia hodowlanego.

Po 24h hodowli wykonano test XTT (ELISA) [13] oraz barwienie fluorescencyjne komórek. XTT jest testem aktywności mitochondrialnej komórek stosowanym w toksykologii do oceny żywotności i proliferacji komórek. Po inkubacji z substratem absorbancję supernatantu z nadhodowli zmierzono przy długości fali 450 nm.

Po utrwaleniu komórek wykonano barwienie fluorescencyjne włókien a-tubuliny za pomocą odpowiednich przeciwciał i barwienie jąder komórkowych (Hoechst). Następnie obserwowano próbki w mikroskopie fluorescencyjnym (Hoechst przy długości fali 495 nm, przeciwciała sprzężone z fluorochromem przy 365 nm). Przeprowadzono analizę obrazu [14] z wykorzystaniem programu komputerowego ImageProPlus. Określono liczbę jąder komórkowych w poszczególnych polach widzenia przy powierzchni pojedynczego pola widzenia równej  $22528 \mu\text{m}^2$ . Na każdej płytce zbadano co najmniej 40 pól widzenia. Pomiary powtórzono trzykrotnie. W podobny sposób zmierzono całkowite pole powierzchni komórek. Obliczono średnie pole pojedynczej komórki (rozplaszczanie komórek) poprzez podzielenie całkowitego pola powierzchni komórek przez liczbę komórek (jąder komórkowych).

## Wyniki i dyskusja

Żywotność zarówno osteoblastów, jak i fibroblastów zmierzona w teście XTT była mniejsza na powierzchni stali niż na materiałach ceramicznych. Osteoblasty na hydroksyapatycie i tlenku glinu wykazały żywotność porównywalną z kontrolą. Żywotność fibroblastów na materiałach bioceramicznych była wyższa niż w kontroli i na próbkach sta-

spreading on the surfaces of biomaterials. We determined viability, number, surface area and spreading of cells adhering to the samples of implantable materials. Subsequently we compared the results in order to find out whether or not any correlation existed between cell viability, number and spreading. In order to focus on the method, in the experiments we used materials already applied in the clinical practice.

## Materials and methods

Human primary culture cells isolated from the material amputated in orthopaedic operations were used in the investigation: osteoblasts (from bone fragments) and fibroblasts (from hip joint fibrous capsule). Human osteoblasts were obtained from primary cultures according to the method described by Gallager et al. [12]. Human fibroblasts were isolated by etching of tissue fragments in a collagenase solution. Both fibroblasts and osteoblasts were cultured in DMEM containing 10%FBS, L-glutamine, penicillin, streptomycin and amphotericin B.

The following materials were used in the experiments: dense sintered bioceramics (hydroxyapatite and alumina) and surgical steel. Samples, 6 mm in diameter, were polished and placed on the bottom of 96-well culture dishes. The samples were preincubated with culture medium for 24h.

On one part of the material samples, human osteoblasts were seeded and on the other part - human fibroblasts. Cells seeded directly into the polystyrene wells without any additional material served as control. The number of osteoblasts was 15,000 cells/well and that of fibroblasts - 10,000 cells/well in 0,2 ml culture medium.

After 24 h, the XTT test (ELISA) [13] and fluorescent staining of cells were performed.

XTT is a mitochondrial activity test (ELISA) used in toxicology in vitro in order to assess cell viability and proliferation. Following incubation with the substrate, absorbance of culture medium was measured at a wavelength of 450 nm.

After cell fixation, labelling of a-tubulin fibres and Hoechst staining of nuclei were performed. Then the samples were observed in a fluorescence microscope (Hoechst at 495 nm wavelength and fluorochrome conjugated antibodies at 365 nm). The image was analysed [14] by means of ImageProPlus software. The number of nuclei in a standardised area ( $22528 \mu\text{m}^2$ ) was counted. There were at least 40 areas analysed on each sample and measurements were performed in triplicate. Total area of cells was determined in the same manner. Afterwards, the average single cell area (cell spreading) was calculated by dividing total area of cells by the number of cells (number of nuclei).

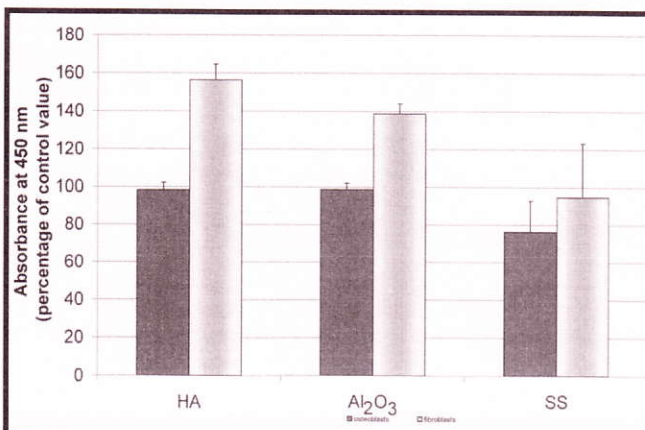
## Results and discussion

Viability of both osteoblasts and fibroblasts measured by means of XTT test was lower on steel than on the surface of bioceramics. Osteoblasts on hydroxyapatite and alumina showed viability comparable with control samples. Fibroblast viability on bioceramics was higher than in control and steel samples (FIG.1).

The highest number of fibroblast nuclei was noted on surgical steel, whereas on hydroxyapatite and alumina it was similar. There were no differences between the materials in the number of osteoblasts (FIG.2).

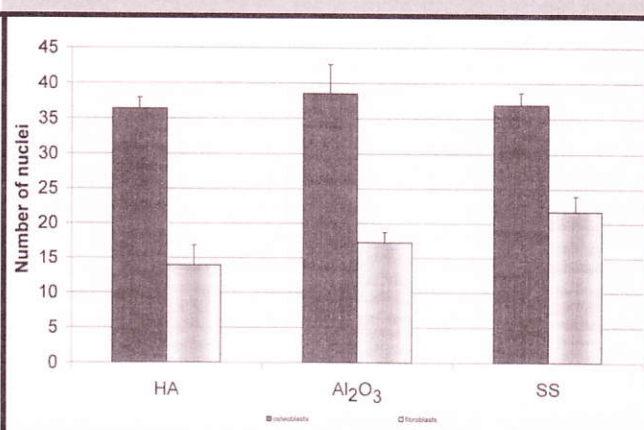
According to the microscopic observations, the cells were spread regularly covering almost the entire surface of the samples. Image analysis revealed that spreading of fibroblasts was the greatest on hydroxyapatite whereas on alumina and steel it was similar. Spreading of osteoblasts





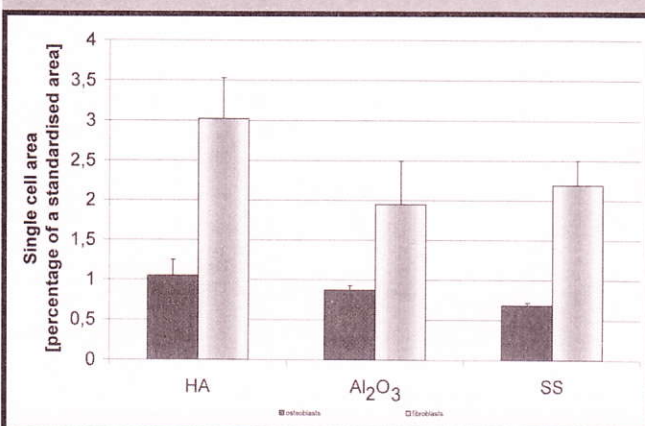
**RYS.1.** Wyniki testu XTT [absorbancja przy długości fali 450 nm] dla osteoblastów i fibroblastów przedstawione jako procent wartości kontroli (komórki hodowane na polistyrenie); HA - hydroksyapatyt, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> - tlenek glinu, SS - stal chirurgiczna.

**FIG.1.** XTT test results [absorbance at 450 nm] for osteoblasts and fibroblasts as percentage of control value (cells cultured on polystyrene); HA - hydroxyapatite, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> - alumina, SS - surgical steel.



**RYS.2.** Średnia liczba jąder osteoblastów i fibroblastów w pojedynczym polu widzenia na powierzchni biomateriałów; HA - hydroksyapatyt, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> - tlenek glinu, SS - stal chirurgiczna.

**FIG.2.** The average number of nuclei of osteoblasts and fibroblasts in a single standardised area on the surface of biomaterials; HA - hydroxyapatite, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> - alumina, SS - surgical steel.



**RYS.3.** Rozplaszczanie komórek zdefiniowane jako średnie pole powierzchni pojedynczego osteoblastu i fibroblastu - [procent powierzchni pola widzenia]; HA - hydroksyapatyt, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> - tlenek glinu, SS - stal chirurgiczna.

**FIG.3.** Cell spreading defined as average area of a single osteoblast and of a single fibroblast [percentage of the standardised area]; HA - hydroxyapatite, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> - alumina, SS - surgical steel.

lowych (RYS.1).

Największą liczbę jąder fibroblastów stwierdzono na stali, natomiast na hydroksyapatycie i na tlenku glinu liczba fibroblastów była zbliżona. Nie stwierdzono różnic pomiędzy liczbą osteoblastów na poszczególnych materiałach (RYS.2).

Na podstawie obserwacji w mikroskopie fluorescencyjnym stwierdzono, że komórki były równomiernie rozplaszczane i pokrywały prawie całkowicie powierzchnię próbek. Analiza obrazu dowiodła, że rozplaszczanie fibroblastów było największe na hydroksyapatycie; na tlenku glinu i na stali chirurgicznej było zbliżone. Rozplaszczanie osteoblastów było niższe na stali niż na bioceramikach; pomiędzy hydroksyapatytem a tlenkiem glinu nie stwierdzono różnic (RYS.3).

Zauważono, że rozplaszczanie fibroblastów było około dwukrotnie większe niż rozplaszczanie osteoblastów po 24h

was smaller on steel than on bioceramics but there were no differences between alumina and hydroxyapatite (FIG.3).

It was noticed that spreading of fibroblasts was about two times greater than spreading of osteoblasts after 24h (FIG.3). Observations of control wells in the light microscope also showed that fibroblasts began to spread earlier than osteoblasts.

Fibroblasts were seeded at a density by 1/3 lower than osteoblasts but the results of XTT viability test for fibroblasts were higher than for osteoblasts. This might result from differences in proliferation rate and could indicate that the number of fibroblasts increased faster during the experiment so that after 24h it was markedly higher than that of osteoblasts. On the other hand, the number of osteoblasts counted after Hoechst staining was approximately two times higher than that of fibroblasts. Thus, lower number of cells showed higher viability in XTT test. This means that the results of viability test were not correlated with the number of cells.

Differences in spreading of osteoblasts on various materials were not accompanied by changes in cell number estimated by counting of the nuclei (FIGS.2,3). Osteoblast spreading was smaller on steel than on hydroxyapatite and alumina whereas the number of cells was similar on all the materials tested.

In the case of fibroblasts the lowest number of cells on hydroxyapatite coincided with the greatest spreading of cells on this material after 24h. Fibroblast spreading on steel and on alumina was similar, whereas the numbers of cells on these materials were different.

Comparison of the results of XTT test and image analysis revealed that in the osteoblast culture the influence of hydroxyapatite, alumina and surgical steel surfaces on spreading and viability, measured by means of XTT, was similar (FIGS.1,3). However, in the case of fibroblasts there was no correlation of XTT results and cell spreading on alumina and steel samples.

Hydroxyapatite appeared to be the best environment for cell spreading in vitro compared with alumina and surgical steel. This is consistent with clinical data on tissue reaction with these materials.



eksperymentu (RYS.3). Ponadto, obserwacje komórek w studzienkach kontrolnych w mikroskopie świetlnym wykazały, że fibroblasty zaczęły rozplaszczanie wcześniej niż osteoblasty.

Pomimo, że fibroblasty wysiano w gęstości o 1/3 mniej niż osteoblasty, wynik testu żywotności XTT był wyższy w hodowli fibroblastów niż osteoblastów. Może to wynikać z różnic w tempie proliferacji i mogłoby oznaczać, że liczba fibroblastów wzrosła bardziej w czasie trwania doświadczenia i po 24h była wyższa niż liczba osteoblastów. Z drugiej strony, obliczenia wykonane po zabarwieniu jąder komórkowych (Hoechst) wykazały, że liczba osteoblastów była w przybliżeniu dwukrotnie wyższa niż liczba fibroblastów. Zatem mniejsza liczba komórek wykazała większą żywotność w teście XTT. Oznacza to, że wyniki testu żywotności nie były skorelowane z liczbą komórek.

Różnicom w rozplaszczeniu osteoblastów na poszczególnych materiałach nie towarzyszyły zmiany liczby komórek, określonej przez policzenie jąder komórkowych (RYS.2,3). Rozplaszczanie osteoblastów było niższe na stali niż na hydroksyapatycie i tlenku glinu podczas, gdy liczba osteoblastów na wszystkich materiałach była zbliżona. W przypadku fibroblastów najniższej liczbie komórek na hydroksyapatycie towarzyszyło największe rozplaszczanie komórek na tym materiale po 24h. Rozplaszczanie fibroblastów na stali i na tlenku glinu było zbliżone, natomiast wystąpiły różnice w liczbie komórek na tych materiałach.

Porównanie wyników testu XTT i analizy obrazu wykazało, że w hodowli osteoblastów wpływ podłoża na rozplaszczanie i żywotność określoną w teście XTT jest podobny (RYS.1,3). Natomiast w przypadku fibroblastów stwierdzono brak korelacji rozplaszczania komórek i wyników testu XTT na próbkach tlenku glinu i stali.

Hydroksyapatyt okazał się najlepszym podłożem do rozplaszczania komórek in vitro w porównaniu z tlenkiem glinu i stalą chirurgiczną. Jest to zgodne z klinicznymi obserwacjami oddziaływania tkanek z tymi materiałami.

Rozplaszczanie fibroblastów przylegających do powierzchni różnych biomateriałów jest większe niż rozplaszczanie osteoblastów.

Żywotność oznaczona za pomocą testu XTT nie koreluje z liczbą komórek na poszczególnych materiałach, dlatego nie można uznać tych dwóch testów za równoważne.

Żadna z powyższych metod stosowana osobno nie daje wystarczających informacji o interakcji pomiędzy komórkami a biomateriałami. Jednakże metody te mogą być wartościowe, gdy będą stanowiły część zestawu testów do badania biogodności in vitro.

## Podziękowania

Niniejsza praca była finansowana przez Komitet Badań Naukowych (grant nr 4.PO5A.065.11)

Spreading of fibroblasts adhering to the surfaces of different biomaterials is greater than that of osteoblasts.

Viability measured by means of XTT test does not correspond with the number of cells counted on each material so these two tests cannot be considered equivalent.

Neither of the above methods when applied separately provides enough information on interactions between cells and biomaterials, however both may be useful in complex biocompatibility testing in vitro.

## Acknowledgements

This work was supported by the State Committee for Scientific Research (grant no. 4.PO5A.065.11).

## Piśmiennictwo

## References

- [1] Ozawa S., Kasugai S.: Evaluation of implant materials (hydroxyapatite, glass-ceramics, titanium) in rat bone marrow stromal cell culture. *Biomaterials*, 17, (1996), 23-29.
- [2] Hunt J.A., McLaughlin P.J., Flanagan B.F.: Techniques to investigate cellular and molecular interactions in the host response to implanted biomaterials. *Biomaterials*, 18, (1997), 1449-1459.
- [3] Sidqui M., Collin P., Vitte C., Forest N.: Osteoblast adherence and resorption activity of isolated osteoclast on calcium sulphate hemihydrate. *Biomaterials*, 16, (1995), 1327-1332.
- [4] Clover J., Gowen M.: Are MG-63 and HOS TE85 human osteosarcoma cell lines representative models of the osteoblastic phenotype? *Bone*, 15, 6 (1994), 585-591.
- [5] Oliva A., Della Ragione F., Salerno A., Riccio V., et al: Biocompatibility studies on glass ionomer cements by primary cultures of human osteoblasts. *Biomaterials*, 17, (1996), 1351-1356.
- [6] Bordji K., Jouzeau J.Y., Mainard D., et al: Cytocompatibility of Ti-6Al-4V and Ti-5Al-2.5Fe alloys according to three surface treatments, using human fibroblasts and osteoblasts. *Biomaterials*, 17, (1996), 929-940.
- [7] Boyan B.D., Batzer R., Kiesswetter K., et al: Titanium surface roughness alters responsiveness of MG63 osteoblast-like cells to  $1\alpha, 25\text{-(OH)}_2\text{D}_3$ . *J.Biomed.Mater.Res.*, 39, (1998), 77-85.
- [8] Yamato M., Okuhara M., Karikusa F., Kikuchi A., Sakurai Y., Okano T.: Signal transduction and cytoskeletal reorganization are required for cell detachment from cell culture surfaces grafted with a temperature-responsive polymer. *J.Biomed.Mater.Res.*, 44, (1999), 44-52.
- [9] Okamoto K., Matsuura T., Hosokawa R., Akagawa Y.: RGD peptides regulate the specific adhesion scheme of osteoblasts to hydroxyapatite but not to titanium. *J.Dent.Res.*, 77(3), (1998), 481-487.
- [10] van Kooten T.G., Klein C.L., Wagner M., Kirkpatrick C.J.: Focal adhesions and assessment of cytotoxicity. *J.Biomed.Mater.Res.*, 46, (1999), 33-43.
- [11] Walboomers X.F., Monaghan W., Curtis A.S.G., Jansen J.A.: Attachment of fibroblasts on smooth and microgrooved polystyrene. *J.Biomed.Mater.Res.*, 46, (1999), 212-220.
- [12] Gallagher J.A., Gundle R., Beresford J.N.: Isolation and culture of bone-forming cells (osteoblasts) from human bone. *Methods in Molecular Medicine: Human Cell Culture Protocols*. Ed. by G.E.Jones, Humana Press Inc., Totowa, NJ, 1996.
- [13] Scudiero D.A., Shoemaker R.H., Paull K.D., Tierney S., et al: Evaluation of a soluble tetrazolium/formazan assay for cell growth and drug sensitivity in culture using human and other tumor cell lines. *Cancer Res.*, 48, (1988), 4827-4833.
- [14] Acarturk T.O., Peel M.M., Petrosko P., et al: Control of cell attachment, morphology, and proliferation of skeletal myoblasts on silanized glass. *J.Biomed.Mater.Res.*, 44, (1999), 355-370.



## Wskazówki dla Autorów

Prace do opublikowania w czasopiśmie "Inżynieria Biomateriałów" będą przyjmowane wyłącznie z tłumaczeniem na język angielski.

Prosimy je nadsyłać na dyskietkach wyłącznie w formacie Word 6.x (lub wyższy) wraz z jednym egzemplarzem kontrolnego wydruku i kompletem rysunków i zdjęć.

Możliwe jest również dołączanie ilustracji w różnych formatach grafiki typu .eps, .jpg, .tif, .cdr, .cpt, .gif.

Rozmiar artykułu:

- przeglądowego i pracy oryginalnej - do 10 stron standardowego maszynopisu,
  - komunikatu - do 5 stron,
  - noty technicznej - do 3 stron
- Obowiązuje układ jednostek SI.  
Rysunki, tabele i równania powinny być kolejno ponumerowane.

Struktura artykułu:

- streszczenie (do 200 słów),
- słowa kluczowe (3-10 słów),
- wprowadzenie,
- materiał i metodyka,
- wyniki,
- dyskusja,
- wnioski,
- piśmiennictwo (wg systemu Harvard).

Odnosniki literaturowe w tekście należy podawać jako kolejne liczby arabskie w nawiasach kwadratowych.

Piśmiennictwo (zawierające nazwiska autorów i skróty ich imion, tytuł artykułu, tytuł czasopisma, tom, rok w nawiasach okrągłych i strony) powinno być zamieszczone na końcu artykułu. Skróty tytułów czasopism należy unikać bądź podawać zgodnie z Chemical Abstract. Cytując książki należy podawać numery odpowiednich rozdziałów.

Nie przewiduje się wypłacania honorariów autorskich.

Prace należy nadsyłać na adres:

Redakcja "Inżynieria Biomateriałów"  
Akademia Górniczo - Hutnicza  
Katedra Ceramiki Specjalnej  
30-059 Kraków, al. Mickiewicza 30/A-3  
fax. (48-12) 633-46-30  
tel. (48-12) 617-24-62  
e-mail: apowroz@uci.agh.edu.pl

## Instructions to authors

Contributions in English language version should be submitted to:

Editorial Office

"Engineering of Biomaterials"  
University of Mining and Metallurgy,  
Special Ceramics Department,  
Al. Mickiewicza 30/A-3, 30-059 Kraków, Poland  
fax. (48-12) 633-46-30, tel. (48-12) 617-24-62,  
e-mail: apowroz@uci.agh.edu.pl

Texts should be delivered on a 3.5-inch diskette, accompanied by a printout (with a double spacing) including drawings, photographs, tables etc. Recommended is IBM-compatible MS format, e.g. Word 6.x (or higher). Illustrations can be enclosed on diskettes in the formats: .eps, .jpg, .tif, .cdr, .cpt, .gif.

Advised paper length is:

- review papers and accounts of original unpublished research - up to 10 pages (standard manuscript pages);
- short communications - up to 5 pages;
- technical notes - up to 3 pages.

SI units should be used in the text.

Figures, Tables and Equations should be numbered in corresponding consecutive series of the Arabic numbers.

Layout of the paper should be the following:

- Abstract (up to 200 words)
- Key words (3-10 words)
- Introduction
- Materials and Methods
- Results
- Discussion
- Conclusions
- References

References should be made in the text by using consecutive Arabic numbers in brackets. Full references (including author's surname and abbreviated names, title of the paper, title of the journal, volume, year in parenthesis and pages) should be given in a list at the end of the paper. Abbreviations of journal titles should be avoided or used in accordance with those listed in Chemical Abstracts. Whenever a book is cited, the number of the relevant chapter should be given.

The journal makes no page charges.



I N Ż Y N I E R I A  
**BIOMATERIAŁÓW**

## Warunki prenumeraty

Wydawnictwo Polskie Stowarzyszenie Biomateriałów w Krakowie przyjmuje zamówienia na prenumeratę, która może obejmować dowolny okres, w którym wydawane są kolejne zeszyty. Zamawiający otrzyma zaprenumerowane zeszyty począwszy od daty dokonania wpłaty. Zamówienia wstecz będą realizowane w miarę posiadanych zapasów.

### Realizacja zamówienia

Warunkiem realizacji zamówienia jest otrzymanie z banku potwierdzenia dokonania wpłaty przez prenumeratora.

### Konto

Polskie Stowarzyszenie Biomateriałów  
30-059 Kraków, al. Mickiewicza 30/A-3  
Bank Śląski S.A. O/Kraków,  
nr rachunku 10501445-1200856001

Należy podać swój adres, tytuł czasopisma, okres prenumeraty i liczbę zamawianych egzemplarzy.

### Opłata

roczna - 48.- zł

półroczna - 24.- zł

## Subscription terms

Subscription orders should be addressed to the Polish Society for Biomaterials in Kraków.

The ordered issues will be delivered consecutively starting from the date of payment, acknowledged by the bank.

Earlier issues will be supplied if available.

### Subscription rates:

12 months - 48,0 zł

6 months - 24,0 zł

### Payment should be made to:

Polish Society for Biomaterials,  
Al. Mickiewicza 30/A-3,  
30-059 Kraków, Poland  
Bank Śląski S.A. O/Kraków,  
account no. 10501445-1200856001

It is requested to quote the subscriber's name, title of the journal, desired subscription period and number of the ordered copies.



## MATERIAŁY I PROCESY INSPIROWANE PRZEZ SYSTEMY ORGANICZNE I EKOLOGIE

Roman Pampuch

Katedra Ceramiki Specjalnej Akademii Górniczo-Hutniczej w Krakowie

Streszczenie

Artykuł oparty jest na treści wykładu wygłoszonego z okazji przyznania autorowi tytułu doktora honoris causa AGH. Przypomniano w nim kierunki i wyniki niektórych badań autora i jego współpracowników nad materiałami o budowie zainspirowanej przez systemy organiczne oraz nad procesami stymulowanymi przez zagrożenia takie jak wyczerpywanie się nieodnawialnych źródeł energii i surowców.

[Inżynieria Biomateriałów, 9, (2000), 3-8]

## MATERIALS AND PROCESSING INSPIRED BY ORGANIC SYSTEMS AND ECOLOGY

Roman Pampuch

Department of Advanced Ceramics University of Mining and Metallurgy, Cracow

[Engineering of Biomaterials, 9, (2000), 3-8]

## PRÓBA SKONSTRUOWANIA HYDROŻELOWYCH IMPLANTÓW DYSKÓW MIĘDZYKRĘGOWYCH- BADANIA EKSPERYMEN-TALNE I NUMERYCZNE

Przemysław Stasica\*, Michał Ciach\*\*, Maciej Radek\*\*\*, Janusz M. Rosiak\*

\*Międzyresortowy Instytut Techniki Radiacyjnej Politechniki Łódzkiej w Łodzi

\*\* Zakład Automatyki i Biomechaniki Politechniki Łódzkiej w Łodzi

\*\*\* Klinika Neurochirurgii Wojskowej Akademii Medycznej w Łodzi

Streszczenie:

Celem badań była próba opracowania implantu mogącego zastępować zdegenerowany dysk międzykręgowy w kręgosłupie człowieka. Do budowy implantu wykorzystano biozgodne hydro-żele otrzymywane przy użyciu techniki radiacyjnej z następujących monomerów: VP (N-winylopirolidon), HEMA (metakrylan 2-hydroksyetylu), MMA (metakrylan metylu) i przepuszczalną dla wody tkaninę poliestrową. Przeprowadzono testy wytrzymałościowe próbek hydrożeli i prototypów implantów. Opracowano komputerowy model lędźwiowego odcinka kręgosłupa, L2 - L3 z kręgami separowanymi naturalnym dyskiem oraz z kręgami separowanymi parą implantów. Przeprowadzono szereg eksperymentów obliczeniowych, w których symulowano osiowe obciążanie badanego segmentu.

[Inżynieria Biomateriałów, 9, (2000), 9-14]

## APPROACH TO CONSTRUCT HYDROGEL INTERVERTEBRAL DISC IMPLANTS - EXPERIMENTAL AND NUMERICAL INVESTIGATIONS

Przemysław Stasica\*, Michał Ciach\*\*, Maciej Radek\*\*\*, Janusz M. Rosiak\*

\*Institute of Applied Radiation Chemistry Technical University of Łódź

\* \* Division of Automatics and Biomechanics Technical University of Łódź

\*\*\* Neurosurgery Clinics Military Medical University

Abstract:

The objective of this study was to design a spinal intervertebral disc implant that could substitute natural disc in a human vertebral column. Structure of the implant comprised biocompatible hydrogel core obtained by irradiation of the following monomers: VP (N-vinyl pyrrolidone), HEMA (2-hydroxyethyl methylacrylate), MMA (methyl methylacrylate) and water permeable polyester fabric. Axial compression tests of hydrogel samples and implant prototypes were performed. Advanced numerical model of L2-L3 spinal segment with vertebrae separated with a natural disc and a pair of implants has been elaborated. In the series of numerical experiments an axial load on the segment was simulated

[Engineering of Biomaterials, 9, (2000), 9-14]



## ANALIZA PRZYCZYN PRZEDWCZESNEGO ZUŻYCIA POLIETYLENOWYCH PANEWK ENDOPROTEZ STAWU BIODROWEGO

Wojciech Balcerowiak\*, Janusz Otfinowski\*\* Andrzej Pawelec\*\*\*

\*Laboratorium Termoanalityczne Instytutu Ciężkiej Syntezy Organicznej, Kędzierzyn-Koźle,

\*\*Klinika Traumatologii , Collegium Medicum Uniwersytetu Jagiellońskiego, Kraków

\*\*\* Klinika Ortopedii , Collegium Medicum Uniwersytetu Jagiellońskiego, Kraków

### Streszczenie

Metodą DSC badano stopień krystaliczności polietylenu z nowych i przedwcześnie uszkodzonych panewek endoprotez stawów biodrowych. Stwierdzono, że w panewkach uszkodzonych jest on istotnie wyższy.

Słowa kluczowe: Polietylen, stopień krystaliczności, DSC, endoprotezy stawu biodrowego.

[Inżynieria Biomateriałów, 9, (2000), 14-17]

## INQUIRY INTO THE REASONS FOR PREMATURE WEAR OF POLYETHYLENE CUPS IN HIP PROSTHESES

Wojciech Balcerowiak\*, Janusz Otfinowski\*\* Andrzej Pawelec\*\*\*

\*Thermal Analysis Lab. of the Institute of Heavy Organic Synthesis, Kędzierzyn-Koźle,

\*\* Traumatology Department of the Jagiellonian University Medical College, Kraków

\*\*\*Orthopaedics Department of the Jagiellonian University Medical College, Kraków

### Abstract

DSC was employed to study crystallinity of PE from new and prematurely worn out cups of hip prostheses. Much higher degrees of crystallinity were found in the worn out cups.

Keywords: Polyethylene, Degree of crystallinity, DSC, Hip joint prostheses.

[Engineering of Biomaterials, 9, (2000), 14-17]

## NIEPOWODZENIA W ALLOPLASTYCE STAWU BIODROWEGO ZWIĄZANE Z POLIETYLENEM

Janusz Otfinowski\*, Zbigniew Rudzki\*\*, Andrzej Pawelec\*\*\*, BogusławFrańczuk\*

\* Klinika Traumatologii Collegium Medicum Uniwersytetu Jagiellońskiego w Krakowie

\*\* Zakład Patomorfologii Klinicznej i Doświadczalnej

Collegium Medicum Uniwersytetu Jagiellońskiego w Krakowie

\*\*\* Klinika Ortopedii Collegium Medicum Uniwersytetu Jagiellońskiego w Krakowie

### Streszczenie

Polietylen jest obecnie powszechnie stosowanym materiałem implantacyjnym w chirurgii ortopedycznej. Pojawiające się ostatnio coraz liczniej doniesienia przedstawiające problemy związane z jego długotrwałą implantacją świadczą o tym, że materiał ten obok swych niewątpliwych zalet nie jest również pozbawiony wad. Do tych ostatnich należą: nadmierne szybkie zużycie niektórych panewek polietylenowych, odwarstwienia i złuszczenia powierzchni nośnej panewek, złamania i rozkawałkowania panewek polietylenowych oraz wywoływanie niekorzystnych reakcji biologicznych ustroju wokół implantowanych endoprotez stawów biodrowych. Niestabilność struktury wewnętrznej polietylenu i wzrost stopnia krystaliczności panewek polietylenowych mogą powodować zmianę ich właściwości mechanicznych i stanowić źródło powikłań po alloplastykach stawów biodrowych

Słowa kluczowe: endoprotezy stawu biodrowego, panewki polietylenowe, zużycie, niepowodzenia alloplastyki stawów biodrowych.

[Inżynieria Biomateriałów, 9, (2000), 18-21]

## FAILURES IN TOTAL HIP ARTHROPLASTY CONNECTED WITH POLYETHYLENE

Janusz Otfinowski\*, Zbigniew Rudzki\*\*, Andrzej Pawelec\*\*\*, BogusławFrańczuk\*

\*Traumatology Department of the Jagiellonian University Medical College, Kraków

\*\* Pathology Department of the Jagiellonian University Medical College, Kraków



\*\*\* Orthopaedics Department of the Jagiellonian University Medical College, Kraków  
Abstract

Polyethylene is commonly used as a component in the majority of hip joint prostheses. Growing number of information regarding failures of the polyethylene due to its long-term implantation shows that this material, besides obvious advantages, has also many disadvantages. The latter are undoubtedly: excessive wear of some polyethylene cups, delamination and peeling of the bearing surfaces of the cups, fracture and fragmentation of the cups and ability to cause harmful biological reactions. Unstable internal structure of the polyethylene and varying crystallinity of the polyethylene cups may cause changes in the mechanical properties of the cups with consequent failure of the hip arthroplasty.

Key words: hip prosthesis, polyethylene acetabular cups, wear, failures in hip arthroplasty  
[Engineering of biomaterials, 9, (2000), 18-21]

#### PRZYDATNOŚĆ KOMPOZYTU WĘGIEL-ŻYWICA EPOKSYDOWA JAKO MATERIAŁU DO ZESPOLEŃ KOŚCI - PRACA DOŚWIADCZALNA

Grzegorz Bajor\*, Zbigniew Paszenda\*\*

\*Katedra i Oddział Kliniczny Chirurgii Dziecięcej Śląskiej Akademii Medycznej w Bytomiu

\*\*Instytut Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych

Politechniki Śląskiej w Gliwicach

##### Streszczenie

Badania przeprowadzono na ośmiu królikach, którym wszczepiono do światła kanału szpikowego grot z kompozytu węgiel-żywica epoksydowa pokryty hydroksyapatytem /C-ep-Hap/. Przeprowadzono badania strefy rozdziału pomiędzy implantem C-ep-Hap, a tkanką kostną oraz powierzchni bocznej implantu. Obserwacje przeprowadzono w elektronowym mikroskopie skaningowym DSM-940 firmy OPTON. Dla potrzeb badań przygotowano przekroje poprzeczne implantu łącznie z tkanką kostną. W przedstawianym materiale obserwowano bardzo wolno postępującą degradację kompozytu od obwodu implantu. Dopiero w końcowej fa-zie doświadczenia widać masywne przyleganie nowej tkanki kostnej do wolnych fragmentów kompozytu. Natomiast na przekroju poprzecznym implant sprawiał wrażenie nienaruszonego. Tak powolny proces biodegradacji kompozytu zapewnia samej uszkodzonej kości silniejszą i dłuższą stabilizację. Na podstawie przeprowadzonych obserwacji uzyskano zachęcające wyniki stwarzające większe kliniczne możliwości stosowania kompozytu C-ep-Hap niż kompozytu węgiel-węgiel.

Słowo kluczowe: biomateriały, polimery termoutwardzalne, kompozyt węgiel-żywica epoksydowa, hydroksyapatyt, badania doświadczalne, materiały węglowe, elektronowy mikroskop skaningowy

[Inżynieria Biomateriałów, 9, (2000), 22-26]

#### APPLICABILITY OF A CARBON-EPOXY RESIN COMPOSITE AS A MATERIAL FOR OSTEOSYNTHESIS - EXPERIMENTAL APPROACH

Grzegorz Bajor\*, Zbigniew Paszenda\*\*

\*Department of Paediatric Surgery in Bytom, Silesian Medical Academy in Katowice

\*\*Institute of Engineering and Biomedical Materials, Silesian University of Technology in Gliwice

##### Abstract

Investigations were carried out using eight rabbits, which were inserted, into the marrow cavity, a pin made of hydroxyapatite-coated carbon-epoxy resin composite (C-ep-Hap). Examined was the C-ep-Hap implant and bone tissue interphase, as well as the lateral implant surface. Observations of the transverse sections of the implant along with the bone tissue under the OPTON DSM-940 scanning electron microscope indicated very slow degradation of the composite from the implant circumference. In the final stage of the experiment, only



massive adhesion of the new bone tissue to the free composite fragments was visible. However, the implant seemed intact on its transverse section. The slow biodegradation of the composite ensures the damaged bone a stronger and longer stabilisation. The obtained results are encouraging and indicate better possibilities for clinical use of the C-ep-Hap composites in comparison with the carbon-carbon ones.

Keywords: biomaterials, thermosetting polymers, carbon-epoxy resin composite, hydroxyapatite, experimental research, carbon materials, scanning electron microscope.  
[Engineering of Biomaterials, 9, (2000), 22-26]

## POŁĄCZENIE DWÓCH METOD TESTOWANIA BIOMATERIAŁÓW IN VITRO

D. Kudelska-Mazur\*, M. Lewandowska-Szumieł\*, J. Komender\*, G. Benke\*\*

\*Zakład Transplantologii i Centralny Bank Tkanek, Instytut Biostruktury, Akademia Medyczna w Warszawie.

\*\*Katedra i Klinika Ortopedyczna Akademii Medycznej w Warszawie.

### Streszczenie

W pracy przedstawiono połączenie dwóch metod testowania biomateriałów w układzie in vitro. W doświadczeniu wykorzystano osteoblasty i fibroblasty ludzkie otrzymane z hodowli pierwotnych. Komórki wysiano na powierzchnię próbek materiałów: hydroksyapatytu, tlenku glinu i stali chirurgicznej. Zbadano żywotność, liczbę i rozplaszczanie komórek. Żywotność oznaczono w teście XTT (ELISA). Komórki poddano znakowaniu barwnikiem fluorescencyjnym Hoechst oraz barwieniu z użyciem przeciwciał anti- $\alpha$ -tubulinie metodą pośrednią. Następnie próbki obserwowano w mikroskopie fluorescencyjnym. Liczbę i rozplaszczanie komórek zmierzono za pomocą programu do analizy obrazu ImageProPlus. Wyniki testów żywotności porównano z wynikami pomiarów rozplaszczania i liczby komórek. Zauważono korelację pomiędzy rozplaszczaniem i żywotnością osteoblastów i fibroblastów hodowanych na hydroksyapatycie, tlenku glinu i stali chirurgicznej.

Słowa kluczowe: testowanie biomateriałów, osteoblasty ludzkie, fibroblasty ludzkie, metody in vitro, rozplaszczanie komórek, analiza obrazu.

[Inżynieria Biomateriałów, 9, (2000), 26-29]

## COMBINATION OF TWO METHODS FOR BIOMATERIAL TESTING IN VITRO

D. Kudelska-Mazur\*, M. Lewandowska-Szumieł\*, J. Komender\*, G. Benke\*\*

\*Department of Transplantology and Central Tissue Bank, Institute of Biostructure, The Medical University of Warsaw.

\*\*Department of Orthopaedics, the Medical University of Warsaw.

### Abstract

We present a combination of two methods of biomaterial testing in vitro. Primary culture human osteoblasts and fibroblasts seeded on the samples of hydroxyapatite, alumina and surgical steel were used in the experiments. Cell viability, number and spreading were investigated. Viability was estimated in XTT test (ELISA). Anti- $\alpha$ -tubulin antibodies were used for indirect immunofluorescent labelling of cells and Hoechst fluorescent dye for staining of nuclei. Subsequently the samples were observed in a fluorescence microscope. Cell number and spreading were measured by means of ImageProPlus software. The results of viability test were compared with calculations of cell number and spreading. It was observed that correlation existed between spreading and viability of osteoblasts and fibroblasts cultured on hydroxyapatite, alumina and surgical steel.

Keywords: biomaterial testing, human osteoblasts, human fibroblasts, in vitro methods, cell spreading, image analysis.

[Engineering of Biomaterials, 9, (2000), 26-29]